

## キシレン

### **Xylene**

IUPAC 名：ジメチルベンゼン

Dimethylbenzene

別名：キシロール、メチルトルエン

Xylol、Methyltoluene

## *o*-キシレン

### ***o*-Xylene**

IUPAC 名：1,2-ジメチルベンゼン

1,2-Dimethylbenzene

## *m*-キシレン

### ***m*-Xylene**

IUPAC 名：1,3-ジメチルベンゼン

1,3-Dimethylbenzene

## *p*-キシレン

### ***p*-Xylene**

IUPAC 名：1,4-ジメチルベンゼン

1,4-Dimethylbenzene

## エチルベンゼン

### **Ethylbenzene**

別名：エチルベンゾール、フェニルエタン

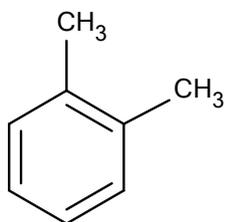
Ethylbenzol、Phenylethane

【対象物質の構造】

キシレン

CAS 番号：1330-20-7

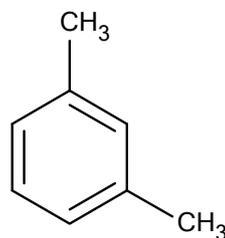
分子式：C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>



*o*-キシレン

CAS 番号：95-47-6

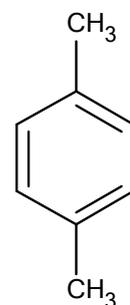
分子式：C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>



*m*-キシレン

CAS 番号：108-38-3

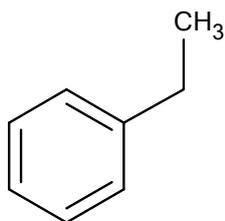
分子式：C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>



*p*-キシレン

CAS 番号：106-42-3

分子式：C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>



エチルベンゼン

CAS 番号：100-41-4

分子式：C<sub>8</sub>H<sub>10</sub>

【物理化学的性状】

物質名	<i>o</i> -キシレン	<i>m</i> -キシレン	<i>p</i> -キシレン	エチルベンゼン
分子量 <sup>1)</sup>	106.17	106.17	106.17	106.17
モライソトビツク質量	106.07825	106.07825	106.07825	106.07825
比重 (g/cm <sup>3</sup> ) <sup>2)</sup>	0.88	0.86	0.86	0.86
沸点 (°C) <sup>3)</sup>	144	139	138	136
融点 (°C) <sup>3)</sup>	-25	-48	13	-95
蒸気圧 (hPa) (20°C) <sup>3)</sup>	0.7	0.8	0.9	1.24
水溶解度 (mg/L) (25°C) <sup>2)</sup>	175-179	146	156	161-210
log P <sub>ow</sub> <sup>3)</sup>	3.12	3.20	3.15	3.1

## 【毒性、用途】

### 〔毒性〕<sup>1)</sup>

環境中運命	生分解性	好氣的生分解（化審法）：良分解性と判定 好氣的生分解（その他）：生分解される 嫌氣的生分解：生分解される
	生物濃縮性	生物濃縮性は低いと推定 生物濃縮係数 BCF：21.4（ <i>o</i> -体）、23.6（ <i>m</i> -体 <i>p</i> -体混合物）（ウサギ）14.1（ <i>o</i> -体）、14.8（ <i>m</i> -体 <i>p</i> -体）（キンギョ）
環境影響	藻類に関する毒性	急性：72 時間 EC <sub>50</sub> ：4.7 mg/L（ <i>o</i> -体）、4.9 mg/L（ <i>m</i> -体）、32 mg/L（ <i>p</i> -体）（セラストラム生長障害 OECDTG201） 慢性：72 時間 NOEC：21 mg/L（ <i>o</i> -体）、8.52 mg/L（ <i>m</i> -体、8.0 mg/L（ <i>p</i> -体）（セラストラム生長障害ハ <sup>レ</sup> イオマス OECDTG201）
	無脊椎動物に関する毒性	急性：24 時間 EC <sub>50</sub> ：1 mg/L（ <i>o</i> -体）（オミジ <sup>ン</sup> コ遊泳障害 OECDTG202 淡水）、96 時間 LC <sub>50</sub> ：32 mg/L（ <i>m</i> -体）、1.7 mg/L（ <i>p</i> -体）（ベ <sup>レ</sup> イシユ <sup>ン</sup> フ <sup>ク</sup> 海水） 慢性：21 日間 NOEC：0.63 mg/L（ <i>o</i> -体）（オミジ <sup>ン</sup> コ繁殖 OECDTG211）、16 日間 EC <sub>50</sub> ：2.07 mg/L（ <i>m</i> -体）（オミジ <sup>ン</sup> コ繁殖）
	魚類に対する毒性	急性：96 時間 LC <sub>50</sub> ：7.4 mg/L（ <i>o</i> -体メダカ OECDTG203）、8.4 mg/L（ <i>m</i> -体）（ニジマス）、2.6 mg/L（ <i>p</i> -体）（ニジマス）、3.3 mg/L（キンレン）（ニジマス） 慢性：27 日間 LC <sub>50</sub> ：3.77 mg/kg（ <i>m</i> -体）（ニジマス <sup>レ</sup> 化 4 日まで暴露）
健康影響	急性毒性	経口：LD <sub>50</sub> ：約 3500-8640 mg/kg（ラット、マウス） 吸入：LC <sub>50</sub> ：約 3900-6700ppm（ラット、マウス） 経皮：LD <sub>50</sub> ：114 mg/kg（異性体混合物）（ウサギ 4 時間）
	刺激性及び腐食性	皮膚：中等度から強度の刺激性（異性体混合、マウス、モルモット、ウサギ） 眼：軽度から中等度の刺激性（ <i>m</i> -体、異性体混合物、ウサギ）
	反復投与毒性	経口：NOAEL：250 mg/kg/日（異性体混合物）（ラット 103 週間雄体重の減少、死亡率の増加、USEPA） 吸入：NOAEL：50ppm（221 mg/m <sup>3</sup> ）（ <i>m</i> -体ラット雄 3 ヶ月、6 時間/日、神経障害：痛覚の感受性増加、協調運動失調）

生殖・発 生毒性	経口：NOAEL：1030 mg/kg/日（異性体混合物）（マウス妊 娠 6-15 日胎児に対し口蓋裂、波状肋骨、体重減少） 吸入：NOAEL：150 mg/m <sup>3</sup> (34ppm) (o-体)（ラット妊娠 7-14 日 24 時間/日胎児体重減少）
遺伝毒性	遺伝毒性を示さないと考えられる <i>in vitro</i> 及び <i>in vivo</i> 試験報告あり（o-、m-、p-体及び異 性体混合物）

\*発がん性<sup>1), 4)</sup>

評価機関	評価内容
IARC	3: ヒトに対する発がん性について分類できない
EPA	D: ヒト発がん性評価には情報が不十分な物質
EU	データなし
NTP	データなし
ACGIH	A4: ヒトに対して発がん性物質として分類できない物質

#### 〔用途〕<sup>2)</sup>

有機化学製品、合成繊維、中間物、殺虫剤殺菌剤等、その他添加剤、半導体、  
接着剤、合成樹脂、その他電子材料等製品、希釈剤、燃料、その他溶剤、紙  
用添加剤、樹脂用添加剤、油用添加剤、色素（塗料、顔料）

出典:

- 1) 独立行政法人製品評価技術基盤機構: 化学物質総合情報提供システム (CHRIP)
- 2) 国立環境研究所: Webkis-plus (化学物質データベース)
- 3) 国立医療品食品衛生研究所: 国際化学物質安全性カード (ICSC)
- 4) 神奈川県化学物質安全情報提供システム (kis-net)

## §1 分析法

### (1) 分析法の概要

水質試料については、サロゲート内標準とシリンジスパイク内標準を添加し、密栓して混和した後、ヘッドスペース-GC/MS-SIM法で定量する。

生物試料については、サロゲート内標準を添加し、メタノールでホモジナイズ抽出する。抽出液の一部を精製水に添加した後、シリンジスパイク内標準を添加し、ヘッドスペース-GC/MS-SIM法で定量する。

### (2) 試薬・器具

#### 【試薬】(注1)

<i>o</i> -キシレン	: 関東化学製 <i>o</i> -キシレン標準液 (1 mg/mL メタノール溶液)
<i>m</i> -キシレン	: 関東化学製 <i>m</i> -キシレン標準液 (1 mg/mL メタノール溶液)
<i>p</i> -キシレン	: 関東化学製 <i>p</i> -キシレン標準液 (1 mg/mL メタノール溶液)
エチルベンゼン	: Dr. Ehrenstorfer GmbH 製 99.9%
<i>o</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>6</sub>	: C/D/N Isotopes Inc. 製 98.6%
<i>m</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub>	: C/D/N Isotopes Inc. 製 99.2%
<i>p</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub>	: C/D/N Isotopes Inc. 製 99.2%
エチルベンゼン- <i>d</i> <sub>10</sub>	: ACROS 製 99%以上
フルオロベンゼン	: 和光純薬工業製 フルオロベンゼン標準液 (1 mg/mL メタノール溶液)
メタノール	: 関東化学製 水質分析用 (注2)
精製水	: Milli-Q 水 (注2)

#### 【標準液の調製】

##### 〔標準液〕

*o*-キシレン、*m*-キシレン及び*p*-キシレンについては、市販の1000 µg/mL (メタノール溶液) を標準原液とする。エチルベンゼンについては、エチルベンゼン1000 mgをあらかじめメタノールを約40 mL入れた100 mLメスフラスコに量り取り、メタノールを加えて定容し、10000 µg/mLのエチルベンゼン標準原液を調製する。この標準原液を1.0 mL分取し、メタノールで10 mLとして1000 µg/mLのエチルベンゼン標準液を調製する。

*o*-キシレン、*m*-キシレン及び*p*-キシレンの標準原液(1000 µg/mL)及びエチルベンゼンの1000 µg/mL標準液を各々1.0 mL分取し、メタノールで10 mLとして各

物質 100 µg/mL の混合標準液を調製する。

#### 〔サロゲート内標準液〕

*o*-キシレン-*d*<sub>6</sub> 1000 mg をあらかじめメタノールを約 40 mL 入れた 100 mL メスフラスコに量り取り、メタノールを加えて定容し、10000 µg/mL の *o*-キシレン-*d*<sub>6</sub> サロゲート内標準原液を調製する。この標準原液を 1.0 mL 分取し、メタノールで 10 mL として 1000 µg/mL の *o*-キシレン-*d*<sub>6</sub> サロゲート内標準液を調製する。

同様に *m*-キシレン-*d*<sub>10</sub>、*p*-キシレン-*d*<sub>10</sub> 及びエチルベンゼン-*d*<sub>10</sub> のサロゲート内標準原液 (10000 µg/mL) 及びサロゲート内標準液 (1000 µg/mL) を各々調製する。

各サロゲート内標準液を各々分取し、メタノールで希釈して各サロゲート内標準 100 µg/mL と 50.0 µg/mL の混合サロゲート内標準液を調製する。

#### 〔シリンジスパイク内標準液〕

市販のフルオロベンゼン標準品 (1000 µg/mL) をシリンジスパイク内標準原液とする。シリンジスパイク内標準原液 1.0 mL をホールピペットで、あらかじめ精製水を約 5 mL 入れた 20 mL メスフラスコに量り取り、メタノールを加えて定容し、50.0 µg/mL のシリンジスパイク内標準液とする。

#### 〔検量線用標準液の調製〕

0.0500 ~ 20.0 ng/mL の範囲の検量線を作成するため、100 µg/mL の混合標準液をメタノールで順次希釈し、0.250 ~ 100.0 µg/mL の検量線作成用混合標準液を調製する。検量線作成用混合標準液には、混合サロゲート内標準液及びシリンジスパイク内標準液を各々 5.00 µg/mL となるように添加する。

#### 〔水質試料添加用のサロゲート内標準及びシリンジスパイク内標準の混合標準液の調製〕

50.0 µg/mL の混合サロゲート内標準液及びシリンジスパイク内標準液を各々 1.0 mL 分取し、メタノールで 10 mL として各物質 5.00 µg/mL の水質試料添加用のサロゲート内標準及びシリンジスパイク内標準の混合標準液を調製する。

#### 〔生物試料添加用のシリンジスパイク内標準液の調製〕

50.0 µg/mL のシリンジスパイク内標準液を 1.0 mL 分取し、メタノールで 10 mL として 5.00 µg/mL のシリンジスパイク内標準液を調製する。

#### 【器具】

ホールピペット	: 試料の採取、標準液の調製に用いる
メスフラスコ	: 標準液の調製に用いる
バイアル	: ヘッドスペース測定用 (内容量 20 mL)
ホモジナイザー	: OMNI 型式: GLH
遠心分離装置	: KUBOTA 型式: 8420
超音波洗浄装置	: ASONE 形式 ASU-2
マイクロシリンジ	: 内標準の添加に用いる (注 3)

### (3) 分析法

#### 【試料の採取及び保存等】

環境省「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成 28 年 3 月)の「試料の採取及び検体の調製等」に従って採取する。試料搬入後は速やかに分析する。

#### 【試料の前処理及び試験液の調製】(注 4)

##### 〔水質試料〕

20 mL のヘッドスペース測定用バイアルにホールピペットで試料を 10.0 mL 採取する。採取後ただちにマイクロシリンジを用いて、水質試料添加用のサロゲート内標準及びシリンジスパイク内標準の混合標準液を 2  $\mu$ L 添加し、密栓して十分混合したものを試験液とする。

##### 〔生物試料〕

生物試料 10 g-wet を遠心管に量り、混合サロゲート内標準液 (各物質 100  $\mu$ g/mL) を 10  $\mu$ L 添加した後、メタノール 20 mL を加え、5 分間ホモジナイズする。3000 rpm で 10 分間遠心分離し、液層をメスフラスコに採る。残渣にメタノール 20 mL を加え、10 分間超音波抽出を行う。3000 rpm で 10 分間遠心分離し、液層をメスフラスコに加え合わせ、50 mL に定容し、抽出液とする。

次に、20 mL のヘッドスペース測定用バイアルに、精製水 9.5 mL に対して抽出液 0.5 mL の割合となるように静かに泡立てないように入れ、生物試料添加用のシリンジスパイク内標準液を 2  $\mu$ L 添加し、密栓して十分混合したものを試験液とする。

#### 【空試験液の調製】

水質試料については、試料と同量の精製水を用いて、また、生物試料については、試料と同量の精製水及びメタノールを用いて、【試料の前処理及び試験液の調製】の項に従って試料と同様の処理をして得た試料液を空試験液とする。

## 【測定】

### 〔GC/MS 測定条件〕

GC/MS 機器	: 5977GC/MS (Agilent 製)
カラム	: VF-WAXms (Agilent 製) (注 5) 60 m × 0.25 mm, 0.50 μm
昇温条件	: 75°C (10 min) → 3°C /min → 100°C → 10°C /min → 145°C (0 min) → 30°C /min → 240°C (9 min)
注入法	: スプリット (スプリット比 50:1)
キャリアーガス	: He (1.0 mL/min)
インターフェース温度	: 240°C
イオン源温度	: 230°C
イオン化法	: 電子イオン化法(EI)
イオン化電圧	: 70 eV
検出モード	: Selected Ion Monitoring (SIM)
モニターイオン	: <i>o</i> -キシレン、 <i>m</i> -キシレン、 <i>p</i> -キシレン、エチルベンゼン (定量) <i>m/z</i> 91.1 (確認) <i>m/z</i> 106.1 : <i>o</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>6</sub> (定量) <i>m/z</i> 94.1 (確認) <i>m/z</i> 112.1 : <i>m</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub> 、 <i>p</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub> 、エチルベンゼン- <i>d</i> <sub>10</sub> (定量) <i>m/z</i> 98.1 (確認) <i>m/z</i> 116.1 : フルオロベンゼン (定量) <i>m/z</i> 96.0 (確認) <i>m/z</i> 70.0

### 〔ヘッドスペース測定条件〕

装置	: G1888 (Agilent 製)
測定モード	: ループモード
サンプルループ	: 3 mL
温度	: オープン温度 80°C サンプルループ温度 150°C トランスファー温度 150°C
攪拌	: 攪拌時間 30 分 攪拌後安定時間 2 分

### 〔水質試料用の検量線〕

あらかじめ 20 mL のヘッドスペース測定用バイアルに精製水を 10.0 mL 入れ、  
〔検量線用標準液の調製〕において調製した 0.250 ~ 50.0 μg/mL の検量線作成  
用混合標準液をマイクロシリンジで 2 μL 添加して、密栓して十分混合したもの

をヘッドスペース-GC/MS により測定する。なお、検量線作成用混合標準液には、混合サロゲート内標準液及びシリンジスパイク内標準液が各々5.00 µg/mL 含まれている。

対象物質とサロゲート内標準の濃度比及び得られたピーク面積比から検量線を作成する。

#### 〔生物試料用の検量線〕

あらかじめ20 mL のヘッドスペース測定用バイアルに精製水9.5 mL 及びメタノール0.5 mL 入れ、〔検量線用標準液の調製〕において調製した0.250 ~ 100 µg/mL の検量線作成用混合標準液をマイクロシリンジで2 µL 添加して、密栓して十分混合したものをヘッドスペース-GC/MS により測定する。なお、検量線作成用混合標準液には、混合サロゲート内標準液及びシリンジスパイク内標準液が各々5.00 µg/mL 含まれている。

対象物質とサロゲート内標準の濃度比及び得られたピーク面積比から検量線を作成する。

#### 〔定量〕

試験液10.0 mL をヘッドスペース-GC/MS を用いて測定し、得られた対象物質のピーク面積とサロゲート内標準のピーク面積の比を検量線に照らして定量する。

#### 〔水質試料の濃度算出〕

試料中濃度  $C$  (µg/L) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q / V$$

$R$ : 検量線から求めたサロゲート内標準濃度に対する対象物質濃度の比

$Q$ : 試料中に添加したサロゲート内標準の量 (ng)

(= 添加するサロゲート内標準の濃度 (ng/µL)

× 添加するサロゲート内標準の容量 (µL))

$V$ : 試料水量 (L)

本分析法に従った場合、以下の数値を使用する。

$$Q = 10.0 \text{ (ng)}$$

(= 添加するサロゲート内標準の濃度 (5.0 ng/µL)

× 添加するサロゲート内標準の容量 (2 µL))

$$V = 0.01 \text{ (L)}$$

即ち、

$$C = R \times 0.1 \text{ (}\mu\text{g/L)}$$

である。

#### [生物試料の濃度算出]

試料中濃度  $C$  (ng/g-wet) は次式により算出する。

$$C = R \cdot Q/V$$

$R$ : 検量線から求めたサロゲート内標準濃度に対する対象物質濃度の比

$Q$ : 試料中に添加したサロゲート内標準の量 (ng)

(= 添加するサロゲート内標準の濃度 (ng/ $\mu$ L)

× 添加するサロゲート内標準の容量 ( $\mu$ L))

$V$ : 試料量 (g)

本分析法に従った場合、以下の数値を使用する。

$$Q = 1000 \text{ (ng)}$$

(= 添加するサロゲート内標準の濃度 (100 ng/ $\mu$ L)

× 添加するサロゲート内標準の容量 (10  $\mu$ L))

$$V = 10 \text{ (g-wet)}$$

即ち、

$$C = R \times 100 \text{ (ng/g-wet)}$$

である。

#### [装置検出下限値(IDL)]

本分析に用いたヘッドスペース-GC/MS の IDL を表 1 に示す (注 6)。

表 1-1 IDL の算出結果

物質名	IDL (ng/mL)	試料量 (水質) (mL)	最終液量 (水質) (mL)	IDL 水質試料換算値 ( $\mu$ g/L)
<i>o</i> -キシレン	0.0044	10.0	10.0	0.0044
<i>m</i> -キシレン	0.017	10.0	10.0	0.017
<i>p</i> -キシレン	0.0023	10.0	10.0	0.0023
エチルベンゼン	0.0095	10.0	10.0	0.0095

表 1-2 IDL の算出結果

物質名	IDL (ng/mL)	試料量 (生物) (g-wet)	最終液量 (生物) (mL)	IDL 生物試料換算値 (ng/g-wet)
<i>o</i> -キシレン	0.0044	10.0	50.0	0.44
<i>m</i> -キシレン	0.017	10.0	50.0	1.7
<i>p</i> -キシレン	0.0023	10.0	50.0	0.23
エチルベンゼン	0.0095	10.0	50.0	0.95

## 〔測定方法の検出下限値(MDL)及び定量下限値(MQL)〕

本測定方法における MDL 及び MQL を表 2 及び表 3 に示す (注 7)。

表 2 水質試料の MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料量 (mL)	最終液量 (mL)	MDL (µg/L)	MQL (µg/L)
<i>o</i> -キシレン	10.0	10.0	0.0029	0.0076
<i>m</i> -キシレン	10.0	10.0	0.18	0.47
<i>p</i> -キシレン	10.0	10.0	0.0028	0.0071
エチルベンゼン	10.0	10.0	0.0029	0.0076

表 3 生物試料の MDL 及び MQL の算出結果

物質名	試料量 (g-wet)	最終液量 (mL)	MDL (ng/g-wet)	MQL (ng/g-wet)
<i>o</i> -キシレン	10.0	50.0	2.5	6.5
<i>m</i> -キシレン	10.0	50.0	250	630
<i>p</i> -キシレン	10.0	50.0	5.6	14
エチルベンゼン	10.0	50.0	6.3	16

## 注 解

(注 1) ここで示す製品は実際に使用した商品を掲げたが、これらを推奨するわけではなく、これらと同等以上の品質、性能のものを用いても問題ない。

(注 2) 使用前に空試験を行い、ブランク値を確認すること。

- (注3) 吐出誤差2%以下であることをあらかじめ確認しておくことが望ましい。精度を保証するため、校正されたデジタルマイクロシリンジや検量証明書付きマイクロシリンジの使用が有効である。
- (注4) 一般的にヘッドスペース測定で用いられる塩析のための塩化ナトリウムの添加は、*m*-キシレンのブランク値が増加するため、本分析では行わない。
- (注5) 一般的な VOC 測定用に使用される DB-624 系分離カラム (Agilent 製 60 m × 0.25 mm, 0.50 μm) の場合、*m*-キシレンと *p*-キシレンのピーク分離は非常に困難であるので注意すること。

2016(H28)調査において、VOC系物質が複数測定対象物質として実施され、殆どの分析実施機関から、分析機関の報告値に環境濃度 操作BL濃度が散見されること、検量線のy切片が大きく、機器の校正が不十分であること、ブランクについての考察が不十分であることが確認された。精査等検討会ではブランクの発生源、環境からの検出状況、分析法等について検討した結果、測定状況(物質、媒体)ごとに異なった取り扱いとしたが、下記の事項について留意が必要であった。

1. 検量線の作成にあたっては、使用した溶液中のコンタミについての考慮が必要であるので、留意されたい。
2. 特に、水の測定にあっては、ブランク水中のコンタミが、操作ブランクに加算されることに留意し、適切な操作ブランクを確保するよう努めること。
3. 底質の測定では、検体は水分含量によって、要求検出下限を満たさないことが無いよう、十分な試料量を確保すること。
4. 分析機関の独自の事情によって、白本から原理が異なる分析法への変更は、控えるべきである。やむなく変更する際には、ブランク対策を含めた精度管理データを提出すべきである。(2017(H29)精査等検討会コメント)

(注6) IDLは、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成28年3月)に準じて、以下の表4のとおり算出した。

表4 IDLの算出結果

物質名	<i>o</i> -キシレン	<i>m</i> -キシレン	<i>p</i> -キシレン	エチルベンゼン
試料量(水質試料)(mL)	10.0	10.0	10.0	10.0
試料量(生物試料)(g-wet)	10.0	10.0	10.0	10.0
最終液量(水質試料)(mL)	10.0	10.0	10.0	10.0
最終液量(生物試料)(mL)	50.0	50.0	50.0	50.0
注入液濃度(ng/mL)	0.0500	0.0500	0.0500	0.0500
結果1(ng/mL)	0.0505	0.0532	0.0493	0.0538
結果2(ng/mL)	0.0492	0.0545	0.0488	0.0526
結果3(ng/mL)	0.0514	0.0453	0.0482	0.0504
結果4(ng/mL)	0.0513	0.0582	0.0480	0.0529
結果5(ng/mL)	0.0483	0.0491	0.0491	0.0523
結果6(ng/mL)	0.0501	0.0504	0.0497	0.0583
結果7(ng/mL)	0.0509	0.0483	0.0491	0.0543
平均値(ng/mL)	0.05024	0.05129	0.04889	0.05351
標準偏差(ng/mL)	0.00114	0.00432	0.000604	0.00245
IDL(ng/mL) <sup>*1</sup>	0.0044	0.017	0.0023	0.0095
IDL水質試料換算値(μg/L)	0.0044	0.017	0.0023	0.0095
IDL生物試料換算値(ng/g-wet)	0.44	1.7	0.23	0.95
S/N比	7.1	12	7.8	11
CV(%)	2.3	8.4	1.2	4.6

\*1:  $IDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

\*2: 結果の濃度はサロゲート補正後の値

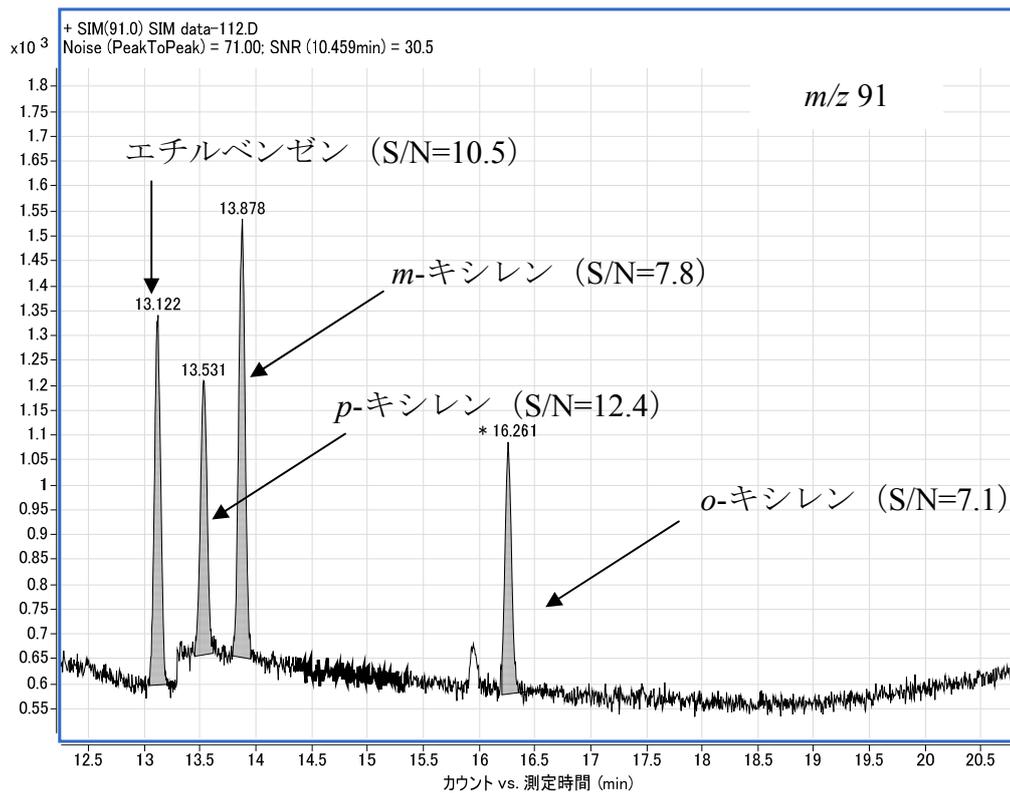


図 1-1 キシレン及びエチルベンゼン IDL 測定時 (0.0500 ng/mL) のクロマトグラム

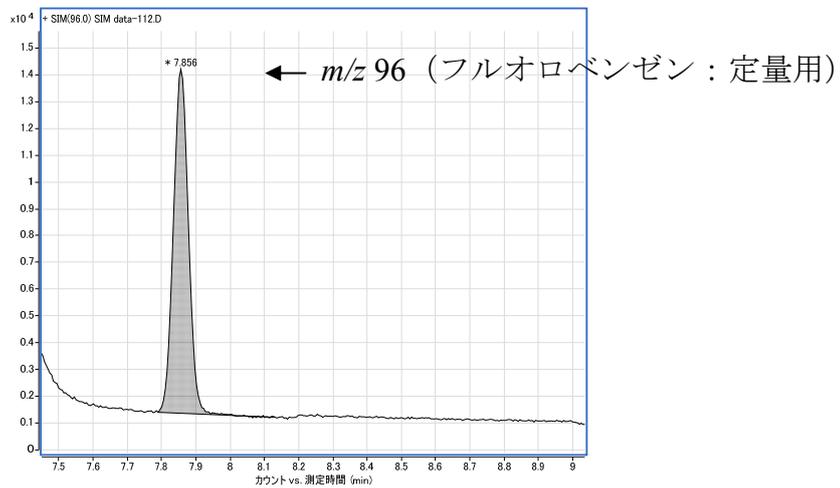
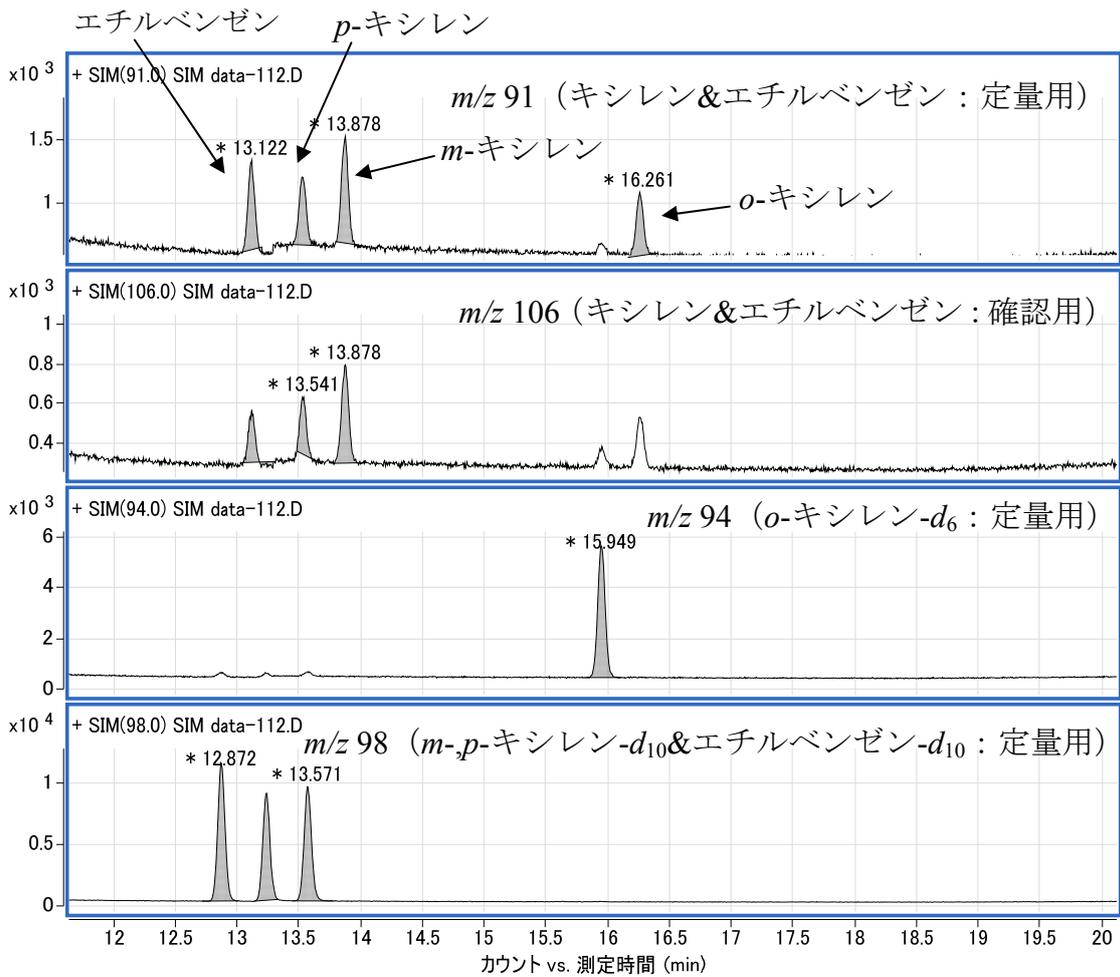


図 1-2 キシレン、エチルベンゼン (0.0500 ng/mL)、サロゲート物質及びシリンジスパイク内標準測定時のクロマトグラム

(注7) MDL及びMQLは、「化学物質環境実態調査実施の手引き」(平成28年3月)に準じて、以下の表5~8のとおり算出した。なお、*m*-キシレンについては無添加試料から求めたMDL及びMQL(表6、表8)を採用した。

表5-1 MDL及びMQLの算出(水質試料)

対象物質名	<i>o</i> -キシレン	<i>m</i> -キシレン	<i>p</i> -キシレン	エチルベンゼン
試料	河川水 <sup>*1</sup>	河川水 <sup>*1</sup>	河川水 <sup>*1</sup>	河川水 <sup>*1</sup>
試料量 (mL)	10.0	10.0	10.0	10.0
標準添加量 (ng)	1	1	1	1
試料換算濃度(μg/L)	0.1	0.1	0.1	0.1
操作ブランク平均(μg/L) <sup>*2</sup>	N.D.	N.D.	N.D.	N.D.
無添加平均(μg/L) <sup>*3</sup>	N.D.	0.082	N.D.	<0.05
結果1 (μg/L)	0.105	0.175	0.0999	0.108
結果2 (μg/L)	0.106	0.159	0.0999	0.107
結果3 (μg/L)	0.105	0.172	0.1000	0.107
結果4 (μg/L)	0.107	0.193	0.0987	0.109
結果5 (μg/L)	0.106	0.157	0.0985	0.108
結果6 (μg/L)	0.106	0.193	0.0997	0.107
結果7 (μg/L)	0.105	0.161	0.0985	0.108
平均値(μg/L)	0.1057	0.1729	0.0993	0.1077
標準偏差(μg/L)	0.000756	0.0153	0.000708	0.000756
MDL(μg/L) <sup>*4</sup>	0.0029	0.059	0.0028	0.0029
MQL(μg/L) <sup>*5</sup>	0.0076	0.15	0.0071	0.0076
S/N比	16	29	17	24
CV(%)	0.72	8.8	0.71	0.70

\*1: 河川水は、三重県鈴鹿市中ノ川を使用。

\*2: 試料マトリクスのみがない状態で他は同様の操作を行い測定した値の平均値 (n=7)

\*3: MDL算出用試料に標準を添加していない状態で含まれる濃度の平均値 (n=7)

\*4:  $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

\*5:  $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

\*6: 結果の濃度はサロゲート補正後の値

表 5-2 MDL 及び MQL の算出の際のサロゲート回収率（水質試料）

対象物質名	<i>o</i> -キシレン	<i>m</i> -キシレン	<i>p</i> -キシレン	エチルベンゼン
結果 1 (%)	103	104	103	103
結果 2 (%)	83	82	82	83
結果 3 (%)	101	103	103	100
結果 4 (%)	102	103	102	102
結果 5 (%)	99	101	100	96
結果 6 (%)	94	97	97	94
結果 7 (%)	103	105	104	101
平均値 (%)	97.6	99.1	98.7	96.8

表 6 MDL 及び MQL の算出（無添加試料：水質試料）

対象物質名	<i>m</i> -キシレン	サロゲート回収率(%)
試料	河川水 <sup>*1</sup>	-
試料量 (mL)	10.0	-
標準添加量 (ng)	無添加	-
結果 1 (µg/L)	0.0429	84
結果 2 (µg/L)	0.0611	80
結果 3 (µg/L)	0.0595	87
結果 4 (µg/L)	0.0742	86
結果 5 (µg/L)	0.1139	98
結果 6 (µg/L)	0.1755	84
結果 7 (µg/L)	0.0472	82
平均値 (µg/L)	0.08204	85.7
標準偏差 (µg/L)	0.04744	-
MDL (µg/L) <sup>*2</sup>	0.18	-
MQL (µg/L) <sup>*3</sup>	0.47	-
S/N 比	13	-
CV (%)	57.8	-

\*1: 河川水は、三重県鈴鹿市中ノ川を使用。

\*2:  $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

\*3:  $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

\*4: 結果の濃度はサロゲート補正後の値

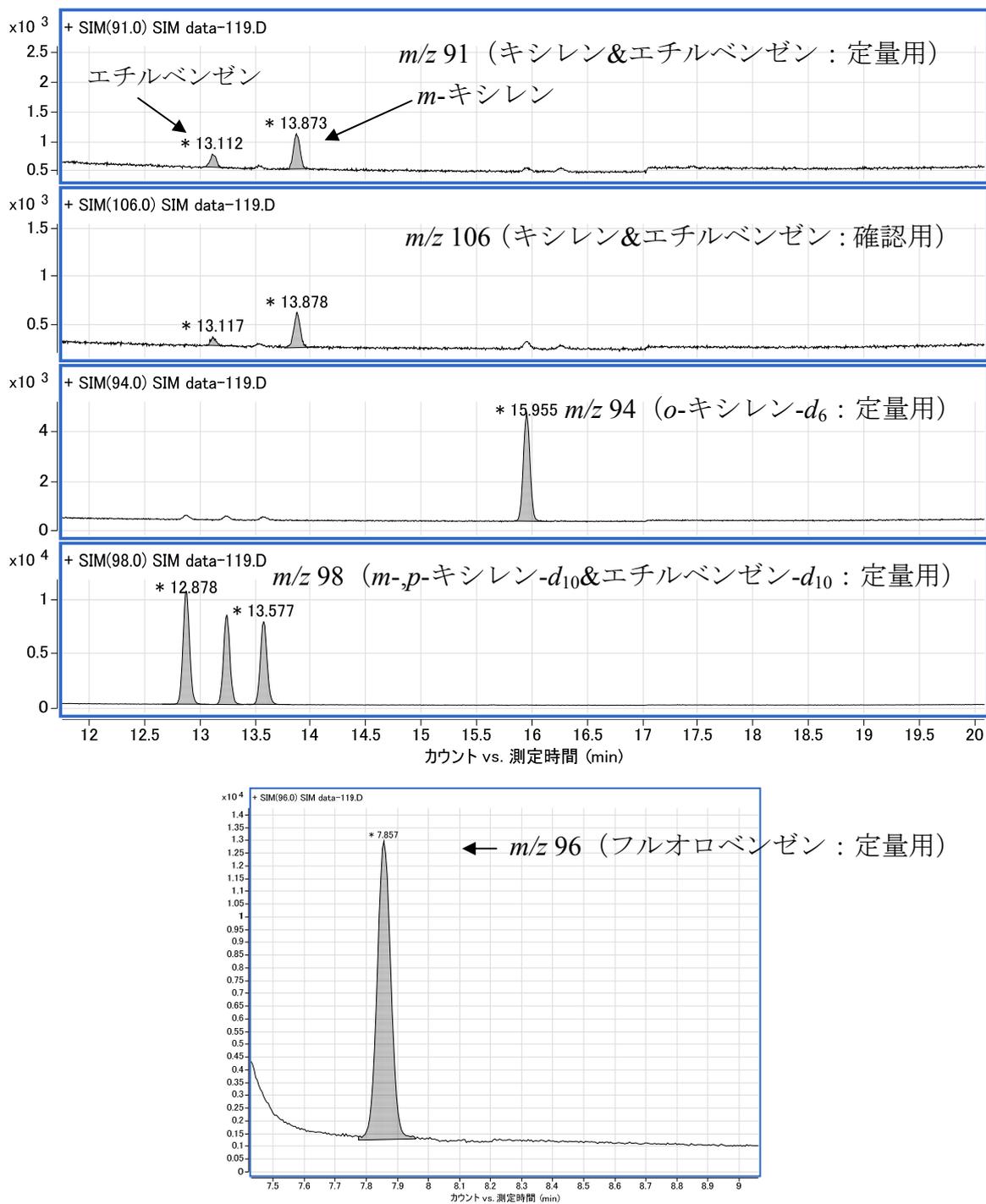


図 2-1 河川水 (標準無添加) 測定時のクロマトグラム

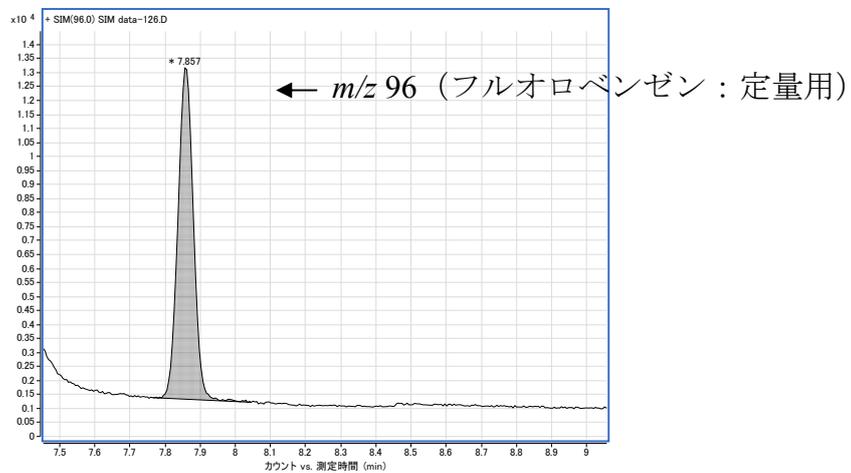
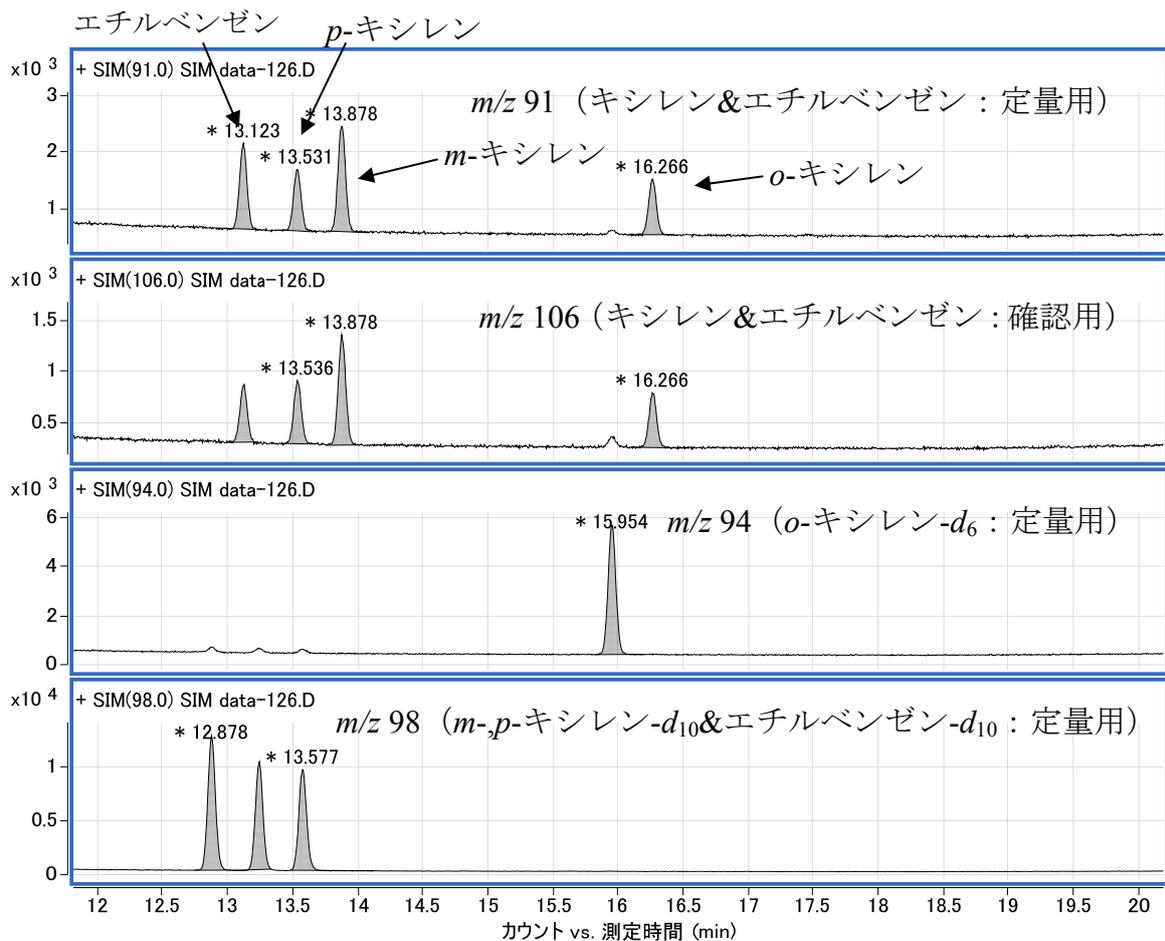


図 2-2 河川水 (標準添加: 0.100  $\mu\text{g/L}$ ) 測定時のクロマトグラム

表 7-1 MDL 及び MQL の算出 1 (生物試料)

対象物質名	<i>o</i> -キシレン	<i>m</i> -キシレン	<i>p</i> -キシレン	エチルベンゼン
試料	カツオ* <sup>1</sup>	カツオ* <sup>1</sup>	カツオ* <sup>1</sup>	カツオ* <sup>1</sup>
試料量 (g-wet)	10.0	10.0	10.0	10.0
標準添加量 (ng)	200	1000	200	200
試料換算濃度(ng/g-wet)	20	100	20	20
最終液量 (mL)	50	50	50	50
操作ブランク平均 (ng/g)* <sup>2</sup>	ND	94.1	ND	ND
無添加平均 (ng/g-wet)* <sup>3</sup>	ND	198	ND	8.85
結果 1 (ng/g-wet)	21.7	1130	19.6	27.0
結果 2 (ng/g-wet)	23.7	1020	23.9	30.5
結果 3 (ng/g-wet)	22.2	1090	20.0	27.1
結果 4 (ng/g-wet)	22.1	1110	20.0	26.1
結果 5 (ng/g-wet)	22.5	1150	20.6	25.9
結果 6 (ng/g-wet)	22.8	1020	20.5	26.6
結果 7 (ng/g-wet)	22.8	1010	21.1	28.6
平均値 (ng/g-wet)	22.54	1080	20.81	27.40
標準偏差 (ng/g-wet)	0.645	58.3	1.45	1.63
MDL (ng/g-wet)* <sup>4</sup>	2.5	230	5.6	6.3
MQL (ng/g-wet)* <sup>5</sup>	6.5	580	14	16
S/N 比	28	130	17	16
CV (%)	2.9	5.4	6.9	5.9

\*1: カツオは、三重県尾鷲沖で採取。

\*2: 試料マトリクスのみがない状態で他は同様の操作を行い測定した値の平均値 (n=7)

\*3: MDL 算出用試料に標準を添加していない状態で含まれる濃度の平均値 (n=7)

\*4:  $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

\*5:  $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

\*6: 結果の濃度はサロゲート補正後の値

表 7-2 MDL 及び MQL の算出の際のサロゲート回収率 (生物試料)

対象物質名	<i>o</i> -キシレン	<i>m</i> -キシレン	<i>p</i> -キシレン	エチルベンゼン
結果 1 (%)	56	61	55	53
結果 2 (%)	68	58	68	65
結果 3 (%)	68	48	68	65
結果 4 (%)	74	57	74	71
結果 5 (%)	75	51	67	66
結果 6 (%)	63	61	62	60
結果 7 (%)	67	55	58	57
平均値 (%)	67.2	55.8	64.6	62.4

表 8-1 MDL 及び MQL の算出 2 (生物試料：無添加試料)

対象物質名	<i>m</i> -キシレン	エチルベンゼン
試料	カツオ <sup>*1</sup>	カツオ <sup>*1</sup>
試料量 (g-wet)	10.0	10.0
標準添加量 (ng)	無添加	無添加
最終液量 (mL)	50.0	50.0
操作ブランク平均 (ng/g) <sup>*2</sup>	94.1	ND
結果 1 (ng/g-wet)	248	7.21
結果 2 (ng/g-wet)	155	8.11
結果 3 (ng/g-wet)	242	9.98
結果 4 (ng/g-wet)	282	8.34
結果 5 (ng/g-wet)	169	10.1
結果 6 (ng/g-wet)	190	7.89
結果 7 (ng/g-wet)	98.8	10.3
平均値 (ng/g-wet)	197.8	8.853
標準偏差 (ng/g-wet)	63.4	1.26
MDL (ng/g-wet) <sup>*3</sup>	250	4.9
MQL (ng/g-wet) <sup>*4</sup>	630	13
S/N 比	55	2.6
CV (%)	32	14

\*1: カツオは、三重県尾鷲沖で採取。

\*2: 試料マトリクスのみがない状態で他は同様の操作を行い測定した値の平均値 (n=7)

\*3:  $MDL = t(n-1, 0.05) \times \sigma_{n-1} \times 2$

\*4:  $MQL = \sigma_{n-1} \times 10$

\*5: 結果の濃度はサロゲート補正後の値

表 8-2 MDL 及び MQL の算出の際のサロゲート回収率 (生物試料: 無添加試料)

対象物質名	<i>m</i> -キシレン	エチルベンゼン
結果 1 (%)	61	53
結果 2 (%)	58	65
結果 3 (%)	48	65
結果 4 (%)	57	71
結果 5 (%)	51	66
結果 6 (%)	61	60
結果 7 (%)	55	57
平均値 (%)	55.8	62.4

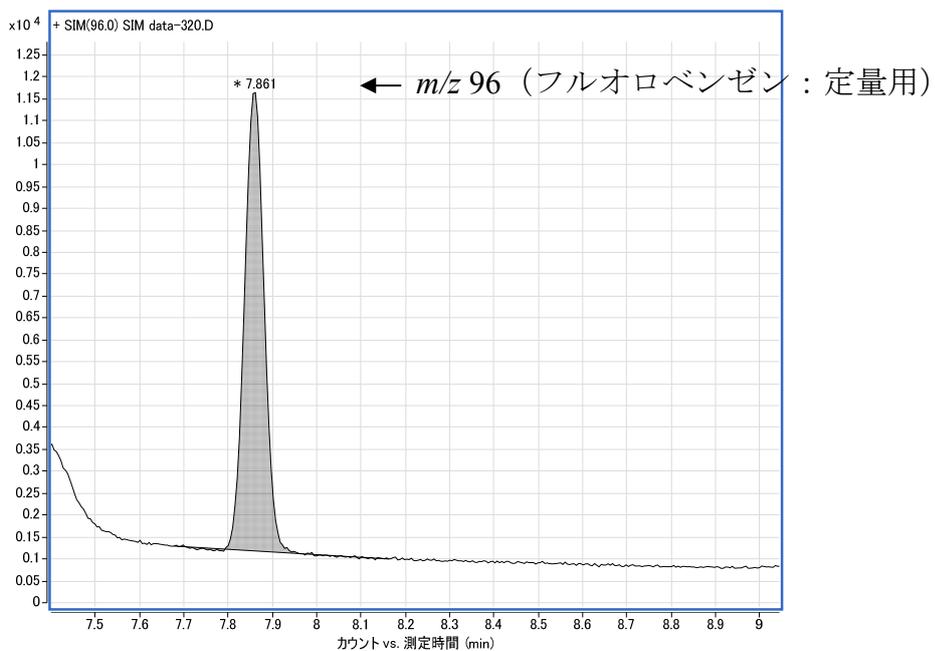
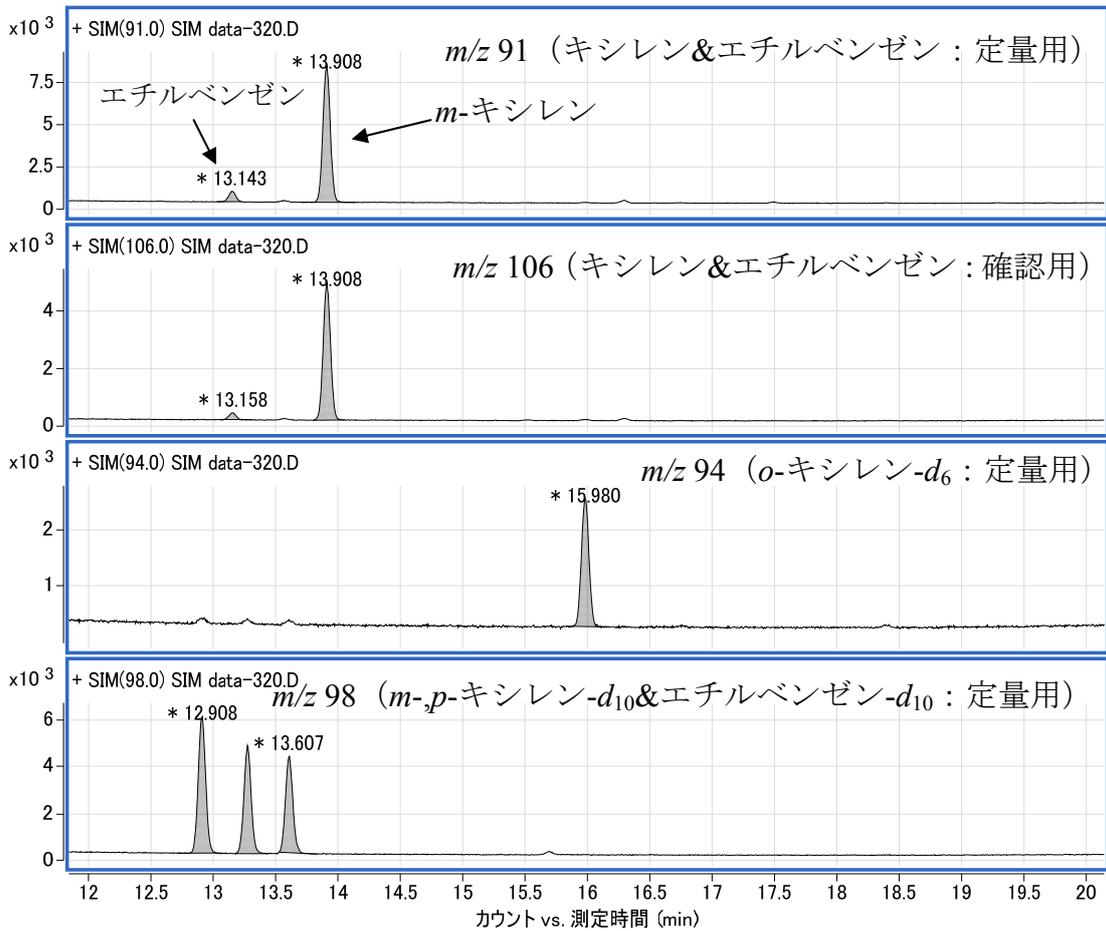


図 3-1 MDL 測定時のクロマトグラム (カツオ、無添加)

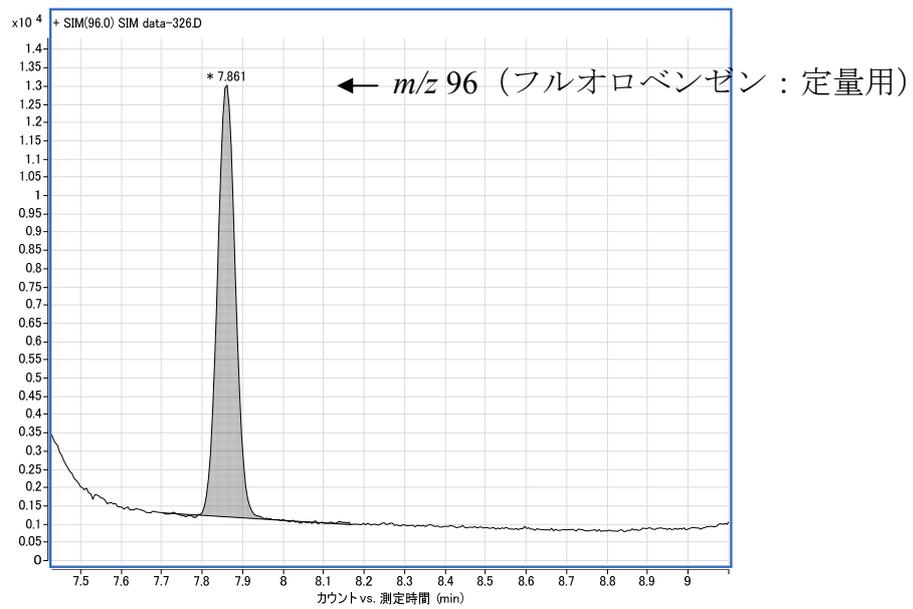
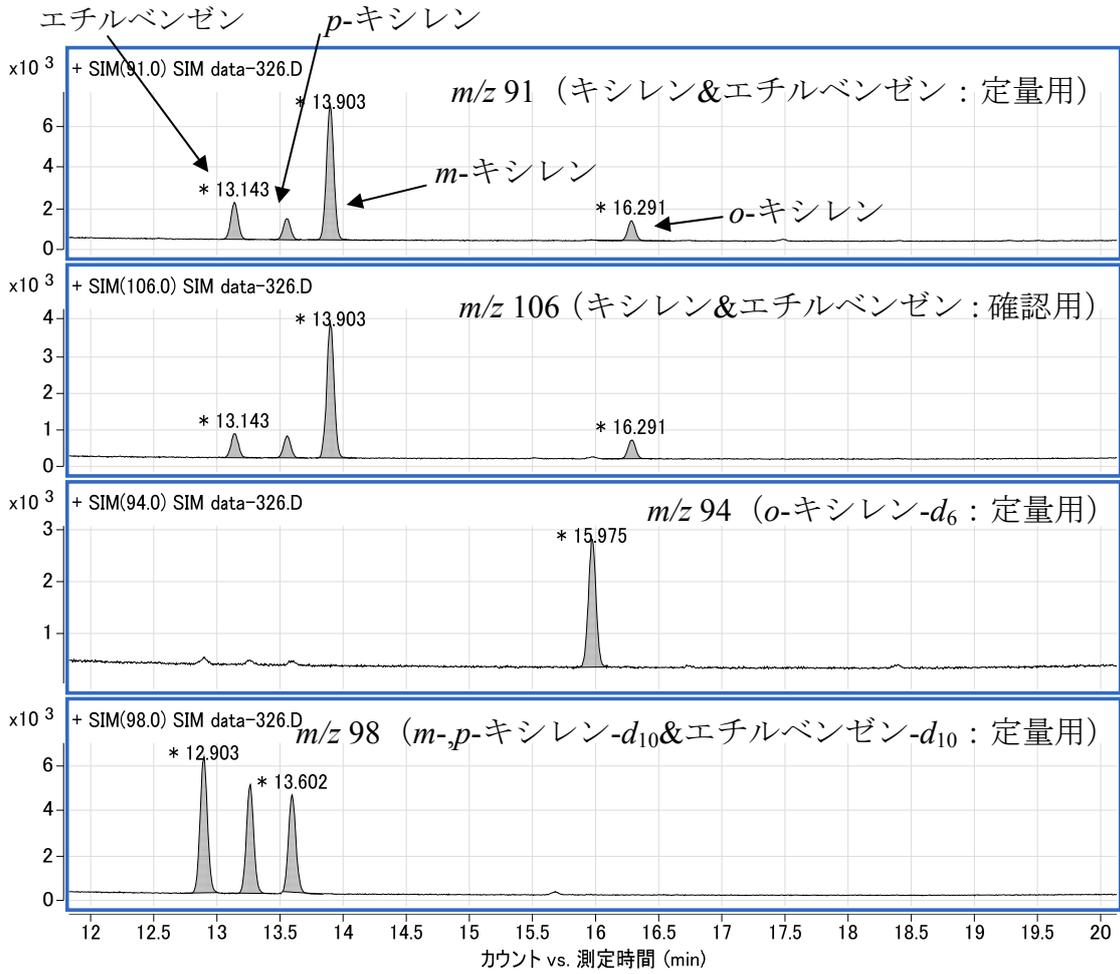


図 3-2 MDL 測定時のクロマトグラム (カツオ、標準添加: 20.0 ng/g-wet)

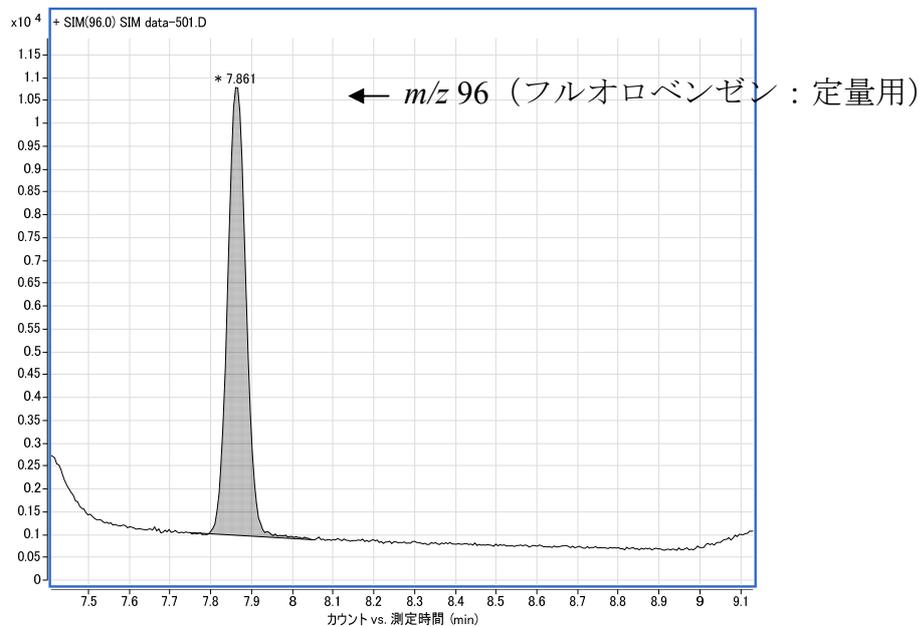
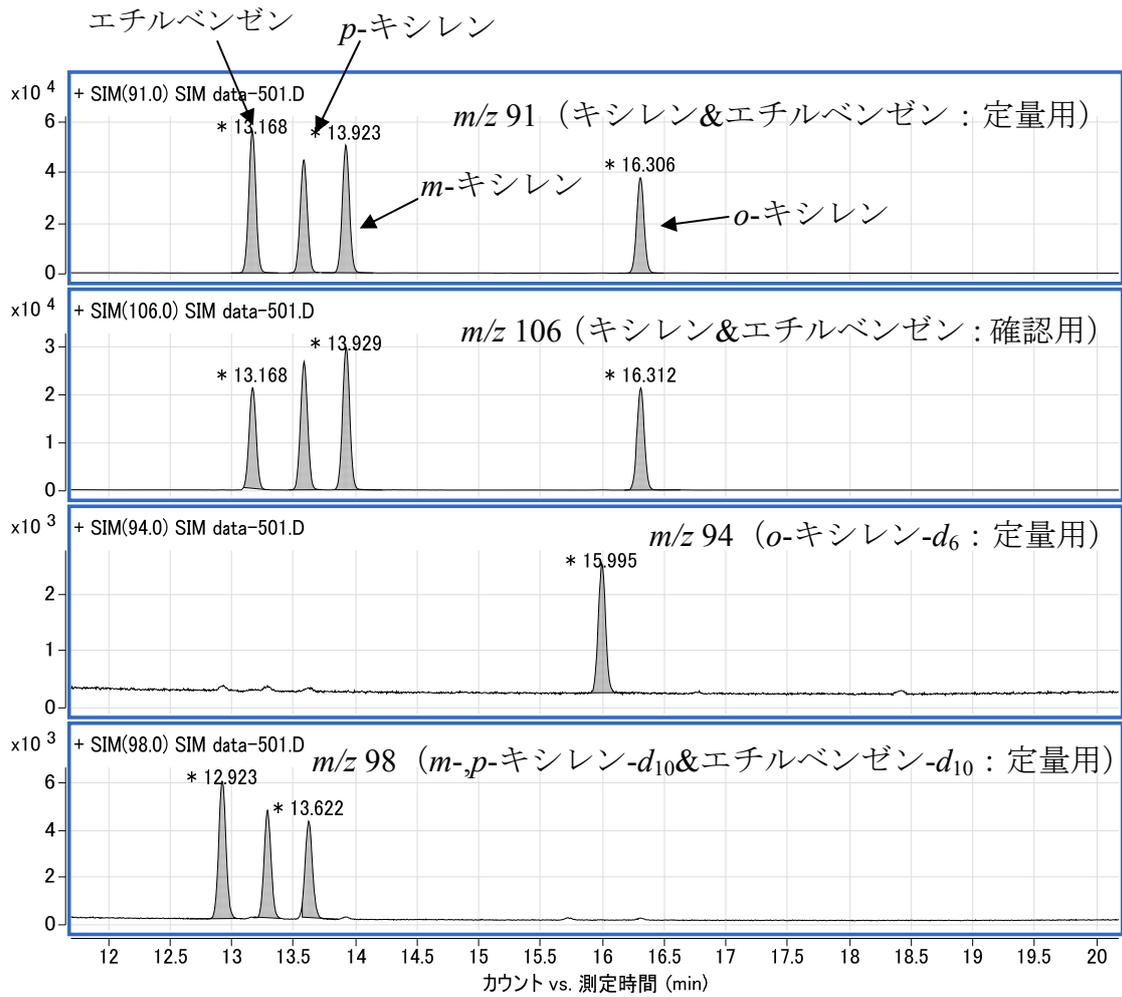


図 3-3 MDL 測定時のクロマトグラム (カツオ、標準添加: 1000 ng/g-wet)

## §2 解 説

### 【分析法】

#### 〔フローチャート〕

分析法のフローチャートを図4及び図5に示す。

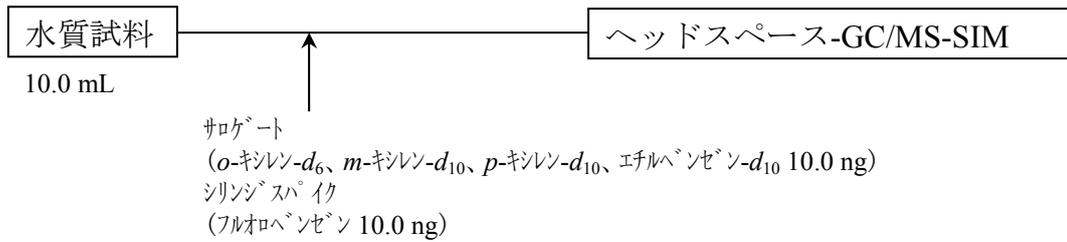


図4 水質試料の分析法フローチャート

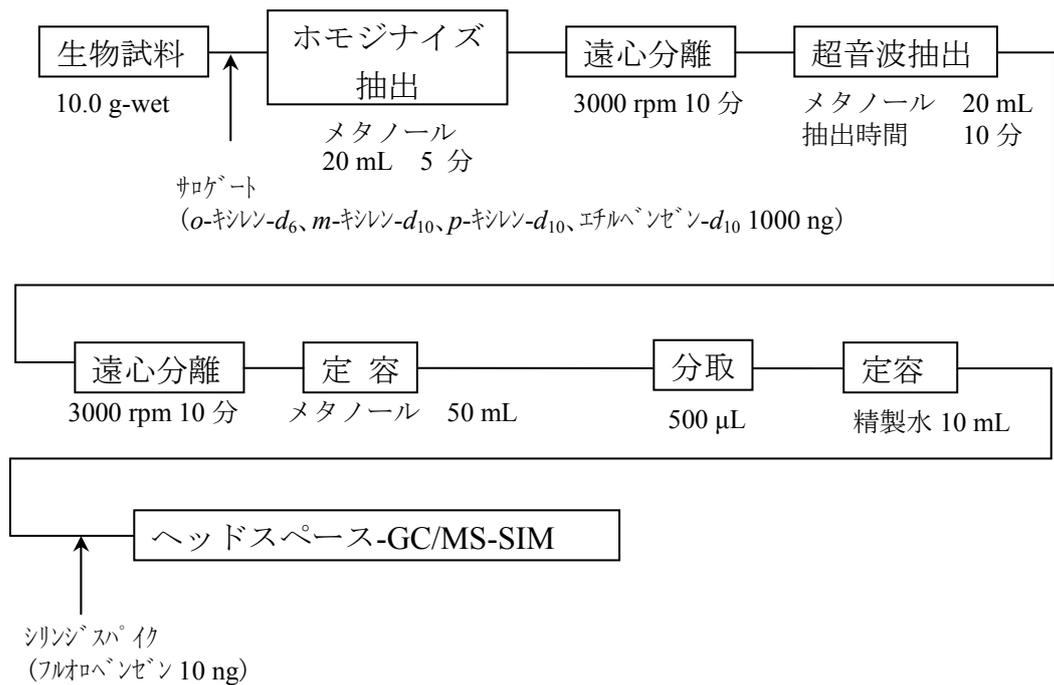


図5 生物試料の分析法フローチャート

[検量線 (水質試料)]

検量線を図 6-1～図 6-8 に、検量線作成用データを表 9-1～表 9-4 に示す。

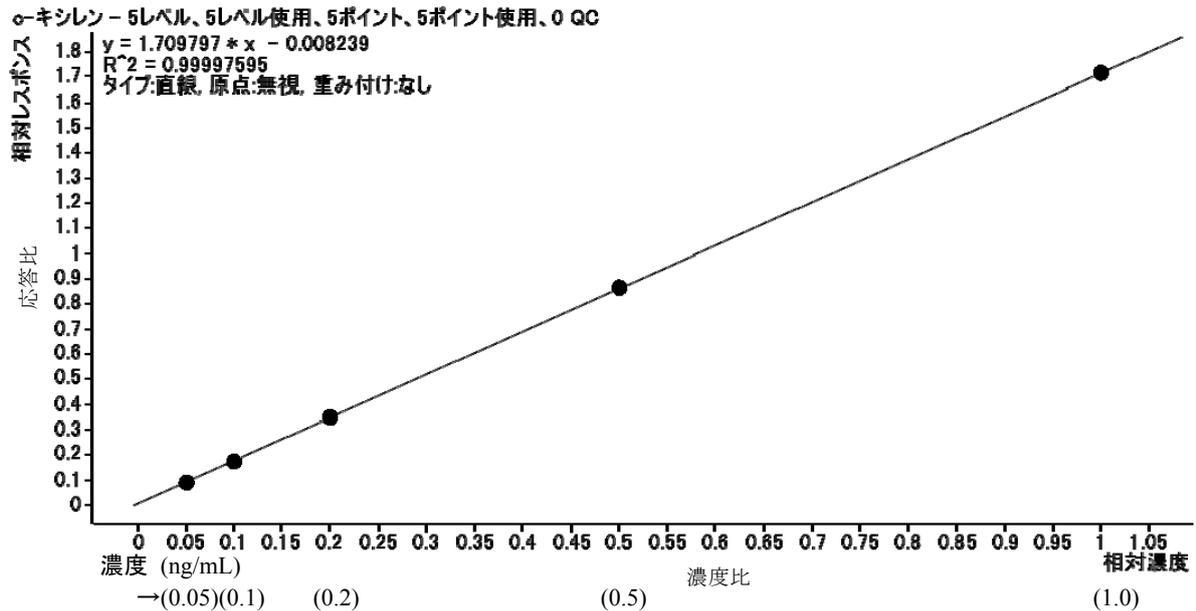


図 6-1 o-キシレンの検量線  
 (水質試料：低濃度領域 0.0500 ～ 1.00 ng/mL)

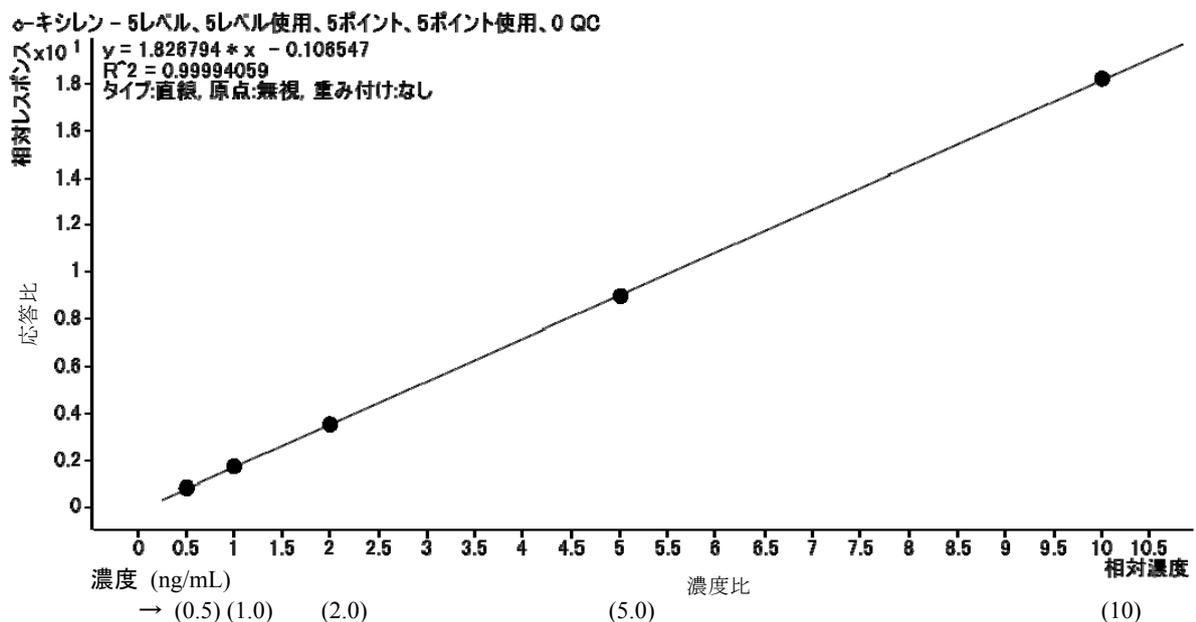


図 6-2 o-キシレンの検量線  
 (水質試料：高濃度領域 0.500 ～ 10.0 ng/mL)

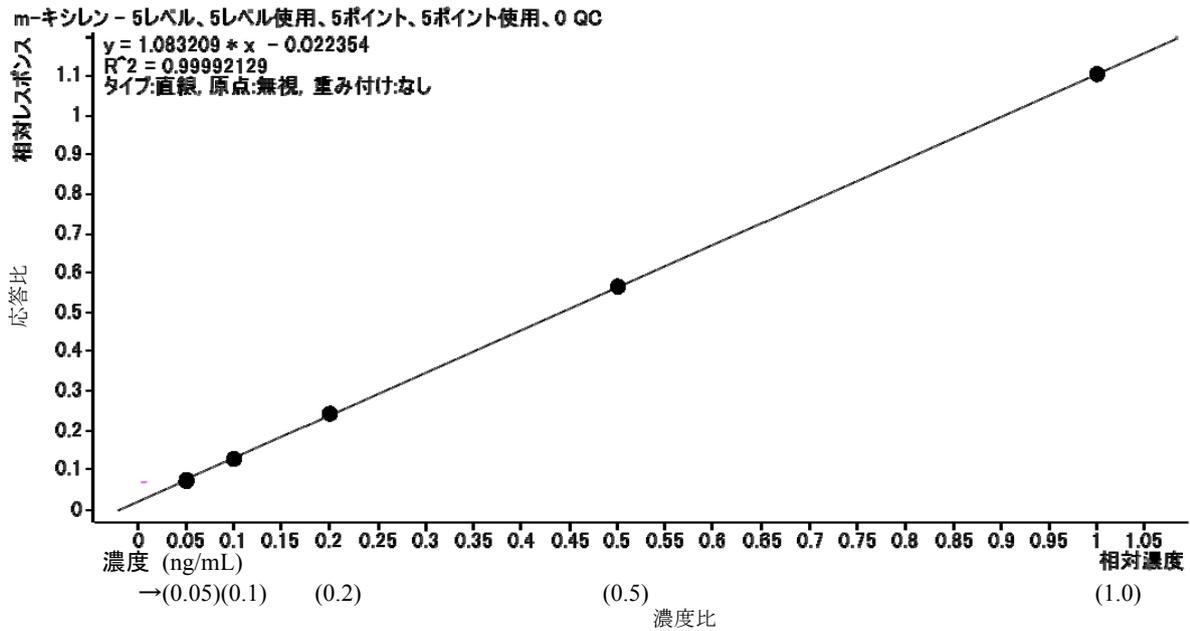


図 6-3 *m*-キシレンの検量線  
 (水質試料：低濃度領域 0.0500 ~ 1.00 ng/mL)

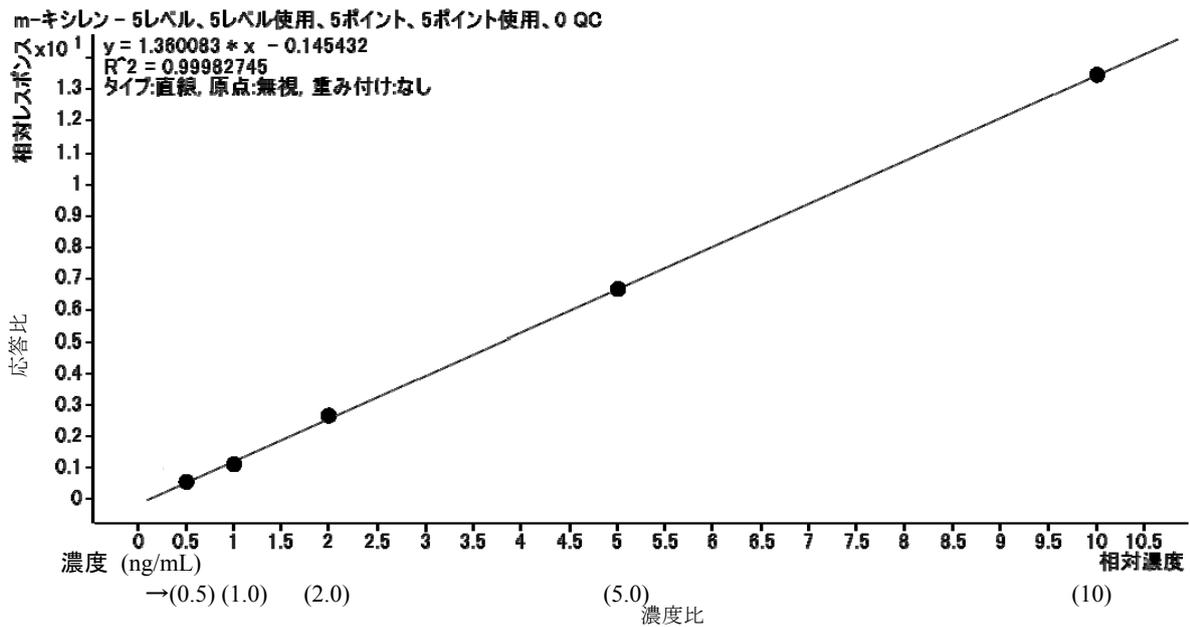


図 6-4 *m*-キシレンの検量線  
 (水質試料：高濃度領域 0.500 ~ 10.0 ng/mL)

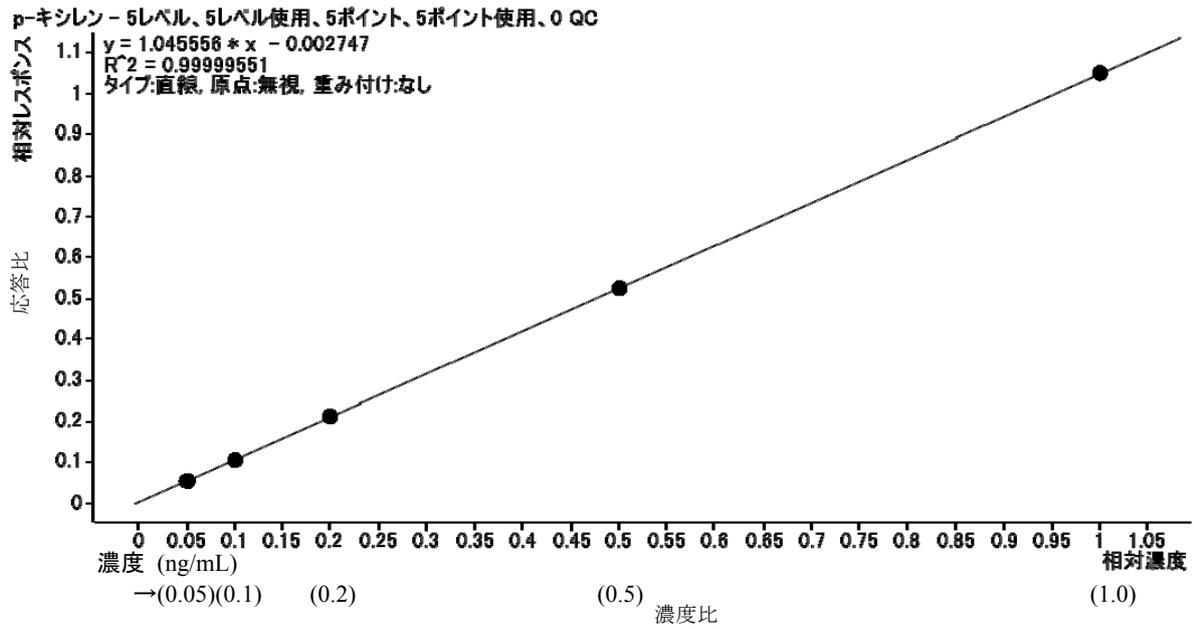


図 6-5 p-キシレンの検量線  
 (水質試料：低濃度領域 0.0500 ~ 1.00 ng/mL)

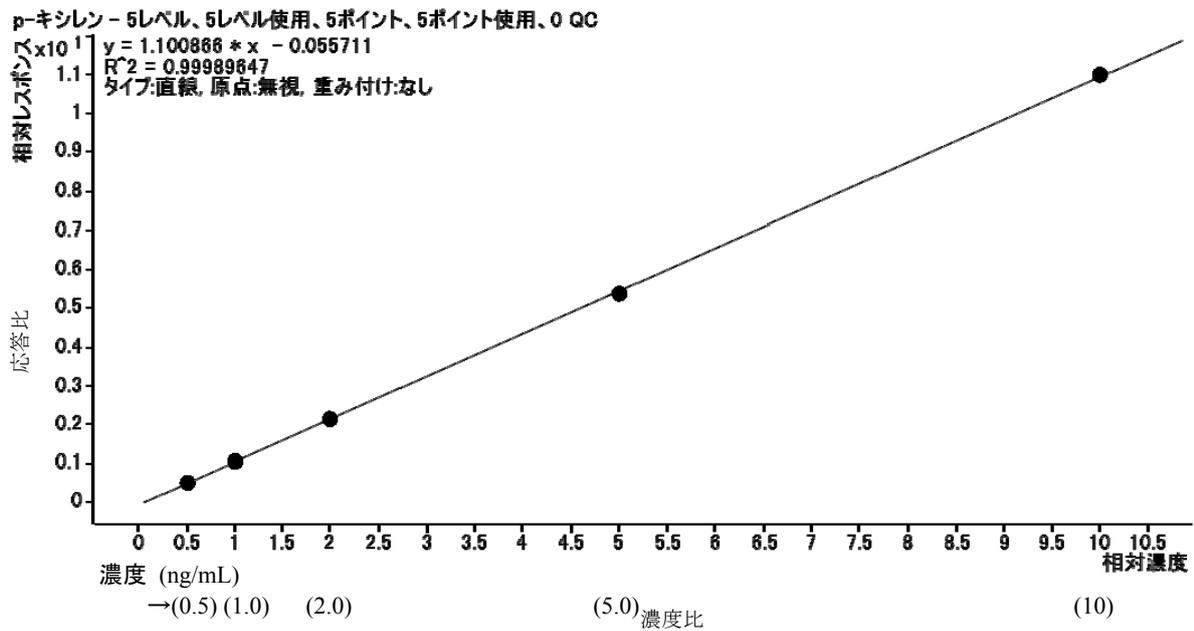


図 6-6 p-キシレンの検量線  
 (水質試料：高濃度領域 0.500 ~ 10.0 ng/mL)

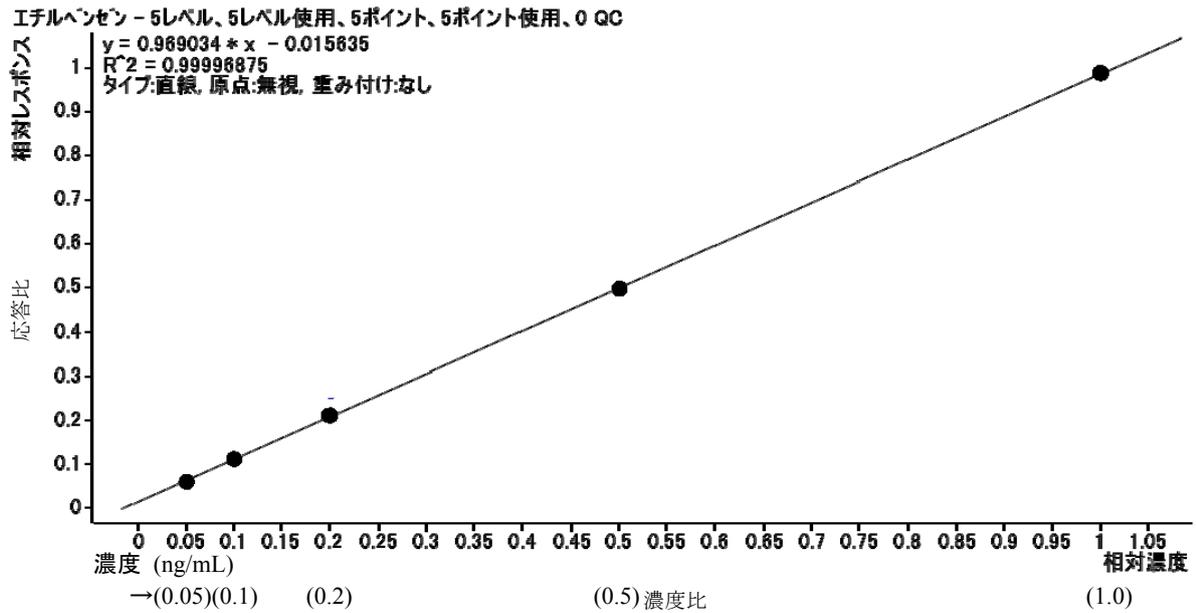


図 6-7 エチルベンゼンの検量線  
 (水質試料：低濃度領域 0.0500 ~ 1.00 ng/mL)

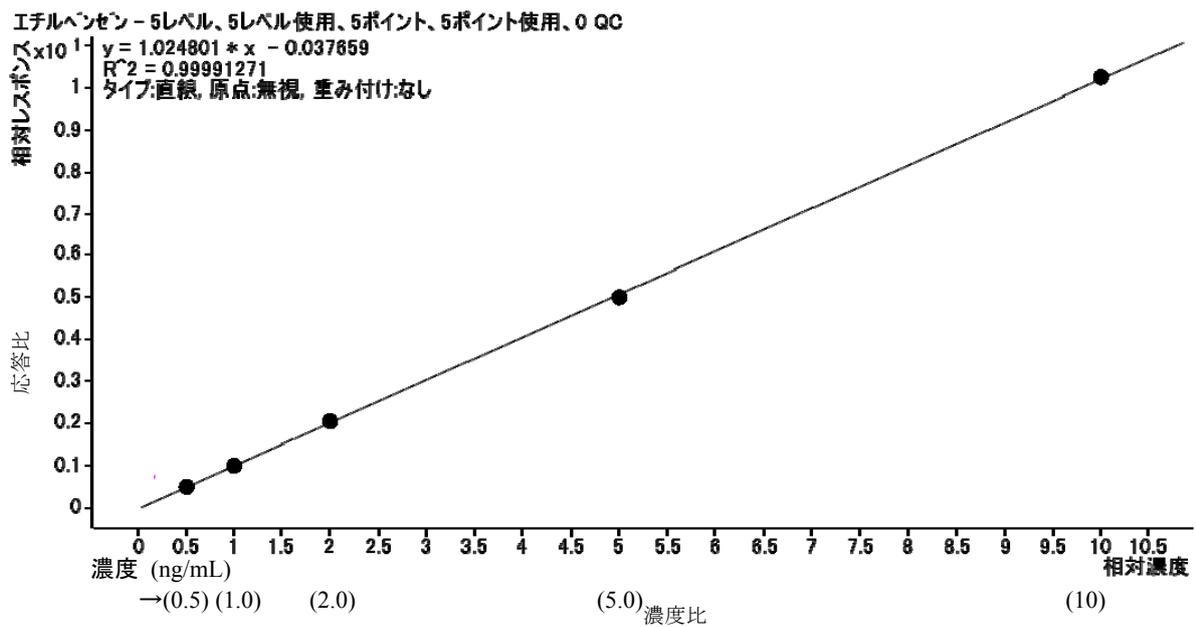


図 6-8 エチルベンゼンの検量線  
 (水質試料：高濃度領域 0.500 ~ 10.0 ng/mL)

表9-1 検量線作成用データ (水質試料: *o*-キシレン)

標準液濃度 (ng/mL) (C <sub>s</sub> )	濃度比 (C <sub>s</sub> /C <sub>is</sub> )	応答値		応答比 (A <sub>s</sub> /A <sub>is</sub> )
		対象物質(A <sub>s</sub> ) <i>o</i> -キシレン ( <i>m/z</i> 91)	サロゲート内標準(A <sub>is</sub> ) <i>o</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>6</sub> ( <i>m/z</i> 94)*	
0	0	0	22951	0
0.0500	0.0500	2194	23635	0.0928
0.100	0.100	4135	23219	0.1781
0.200	0.200	8553	24512	0.3489
0.500	0.500	24060	27689	0.8689
1.00	1.00	40758	23758	1.7155
2.00	2.00	97750	27704	3.5284
5.00	5.00	202924	23145	8.7675
10.0	10.0	405030	22252	18.2020

\*: サロゲート内標準濃度: 1.00 ng/mL (C<sub>is</sub>)

表9-2 検量線作成用データ (水質試料: *m*-キシレン)

標準液濃度 (ng/mL) (C <sub>s</sub> )	濃度比 (C <sub>s</sub> /C <sub>is</sub> )	応答値		応答比 (A <sub>s</sub> /A <sub>is</sub> )
		対象物質(A <sub>s</sub> ) <i>m</i> -キシレン ( <i>m/z</i> 91)	サロゲート内標準(A <sub>is</sub> ) <i>m</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub> ( <i>m/z</i> 98)*	
0	0	1171	40635	0.0288
0.0500	0.0500	3156	41858	0.0754
0.100	0.100	5153	40886	0.1260
0.200	0.200	10615	43503	0.2440
0.500	0.500	28448	49237	0.5778
1.00	1.00	46440	42071	1.1038
2.00	2.00	131911	49064	2.6885
5.00	5.00	224450	48766	4.6026
10.0	10.0	529358	39365	13.4474

\*: サロゲート内標準濃度: 1.00 ng/mL (C<sub>is</sub>)

表9-3 検量線作成用データ (水質試料: *p*-キシレン)

標準液濃度 (ng/mL) (C <sub>s</sub> )	濃度比 (C <sub>s</sub> /C <sub>is</sub> )	応答値		応答比 (A <sub>s</sub> /A <sub>is</sub> )
		対象物質(A <sub>s</sub> ) <i>p</i> -キシレン ( <i>m/z</i> 91)	サロゲート内標準(A <sub>is</sub> ) <i>p</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub> ( <i>m/z</i> 98)*	
0	0	0	42288	0
0.0500	0.0500	2417	43265	0.0559
0.100	0.100	4540	42432	0.1070
0.200	0.200	9597	45261	0.2120
0.500	0.500	26869	51260	0.5242
1.00	1.00	45764	43629	1.0489
2.00	2.00	109463	50824	2.1538
5.00	5.00	227493	42336	5.3735
10.0	10.0	451213	43113	10.4658

\*: サロゲート内標準濃度: 1.00 ng/mL (C<sub>is</sub>)

表9-4 検量線作成用データ (水質試料: エチルベンゼン)

標準液濃度 (ng/mL) (C <sub>s</sub> )	濃度比 (C <sub>s</sub> /C <sub>is</sub> )	応答値		応答比 (A <sub>s</sub> /A <sub>is</sub> )
		対象物質(A <sub>s</sub> ) エチルベンゼン ( <i>m/z</i> 91)	サロゲート内標準(A <sub>is</sub> ) エチルベンゼン- <i>d</i> <sub>10</sub> ( <i>m/z</i> 98)*	
0	0	795	54796	0.0145
0.0500	0.0500	3176	51214	0.0620
0.100	0.100	6241	54816	0.1139
0.200	0.200	11695	52872	0.2212
0.500	0.500	32883	66060	0.4978
1.00	1.00	55601	56428	0.9853
2.00	2.00	133054	65649	2.0267
5.00	5.00	273115	54382	5.0222
10.0	10.0	536644	52414	10.2386

\*: サロゲート内標準濃度: 1.00 ng/mL (C<sub>is</sub>)

〔検量線（生物試料）〕

検量線を図 7-1～図 7-8 に、検量線作成用データを表 10-1～表 10-4 に示す。

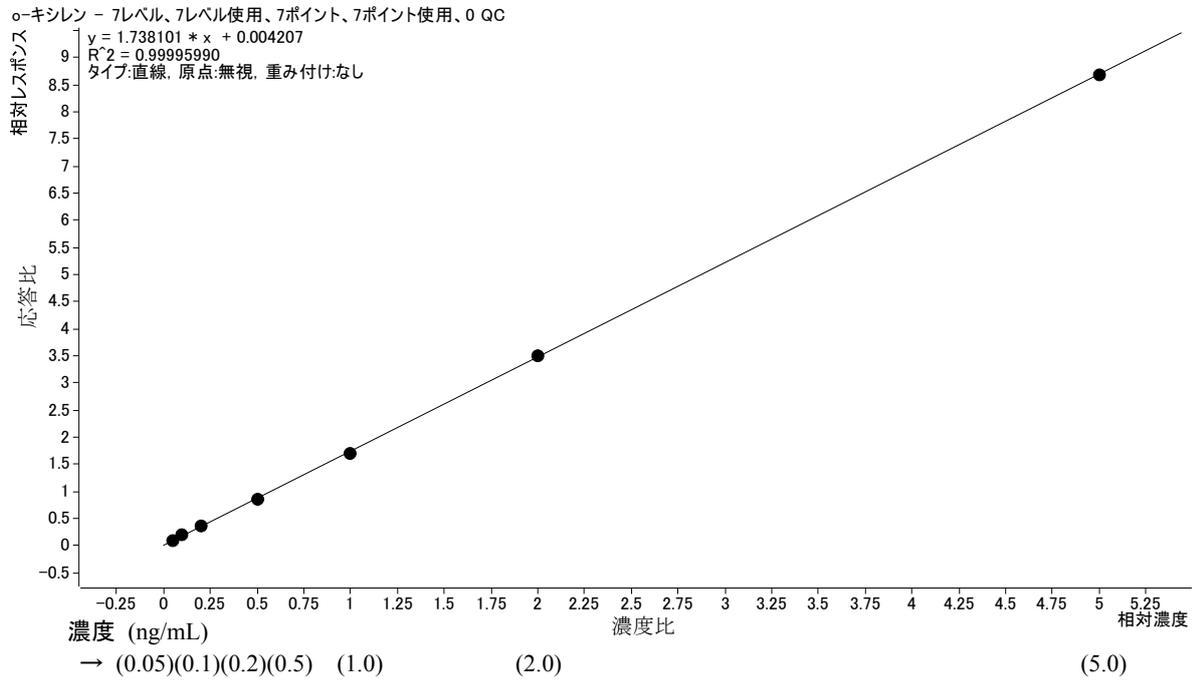


図 7-1 o-キシレンの検量線  
 (生物試料：低濃度領域 0.0500 ～ 5.00 ng/mL)

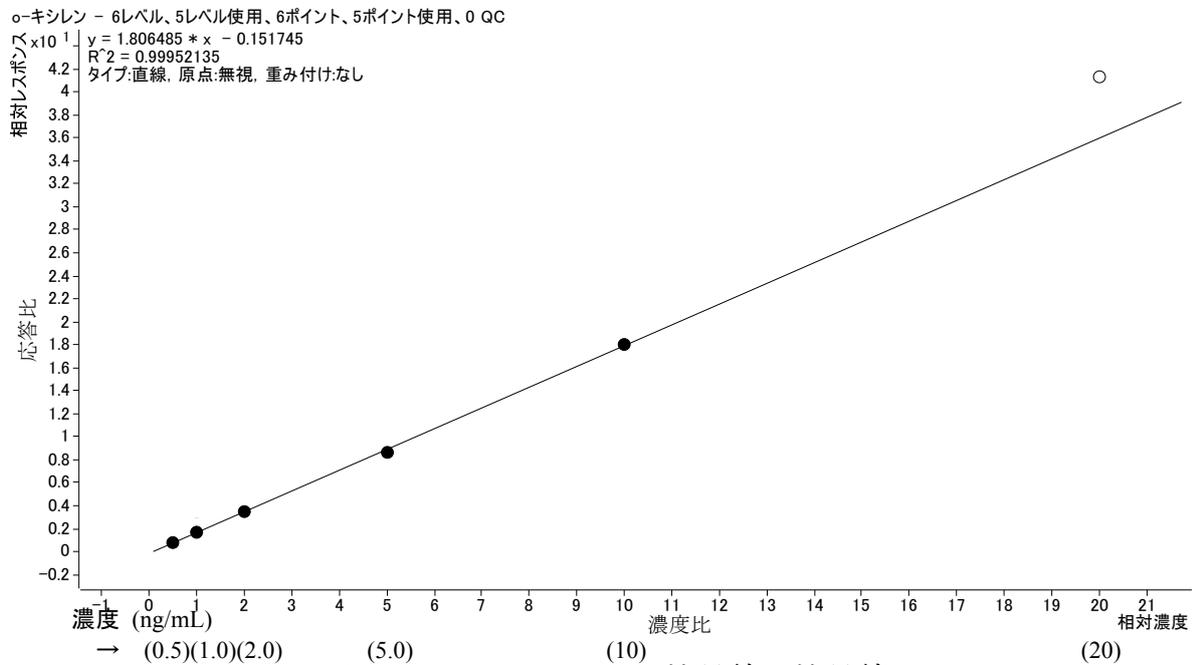


図 7-2 o-キシレンの検量線の検量線  
 (生物試料：高濃度領域 0.500 ～ 20.0 ng/mL)

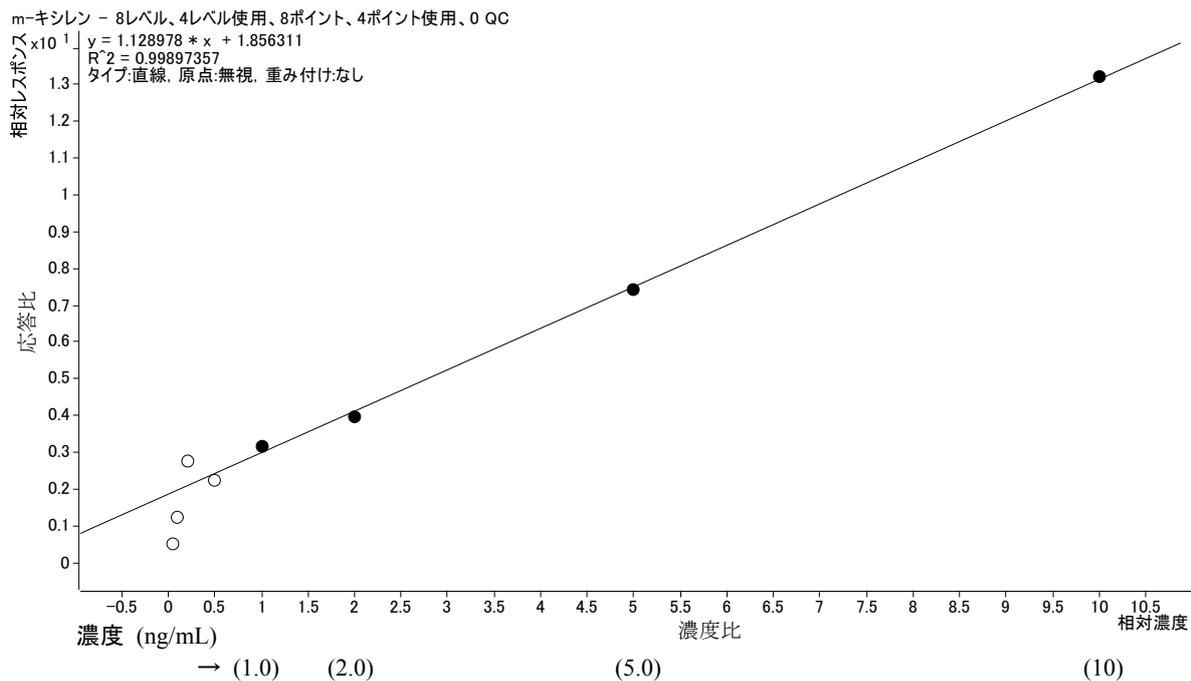


図 7-3 m-キシレンの検量線  
 (生物試料：低濃度領域 1.00 ~ 10.0 ng/mL)

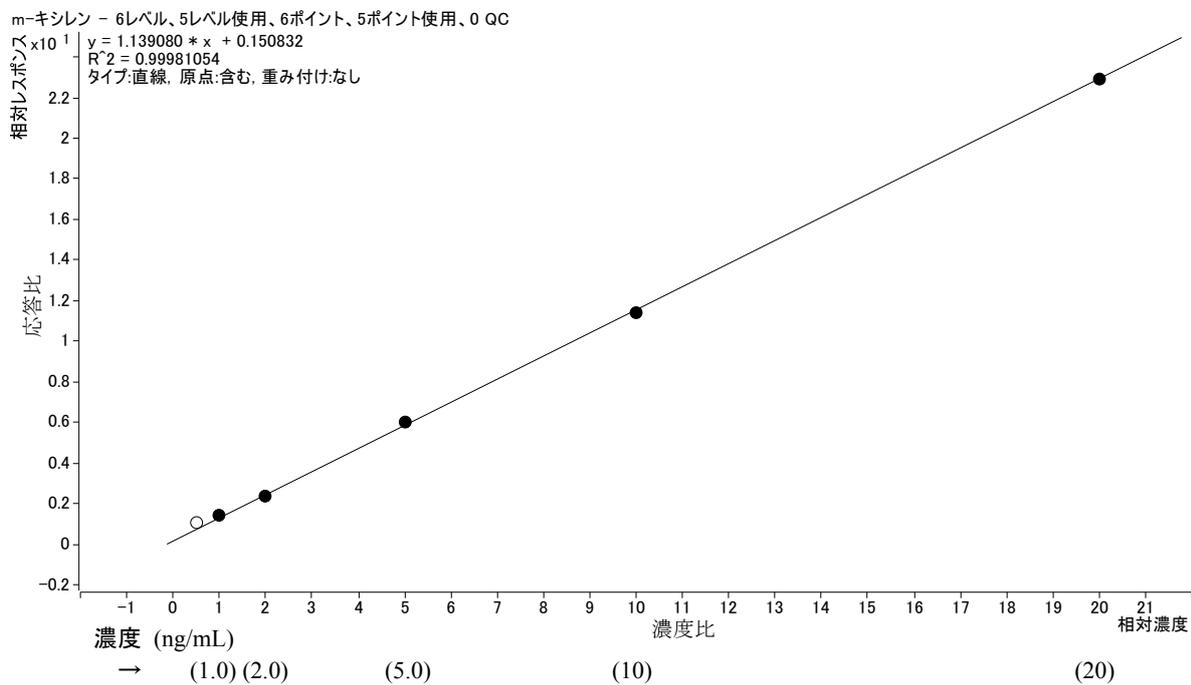


図 7-4 m-キシレンの検量線の検量線  
 (生物試料：高濃度領域 1.00 ~ 20.0 ng/mL)

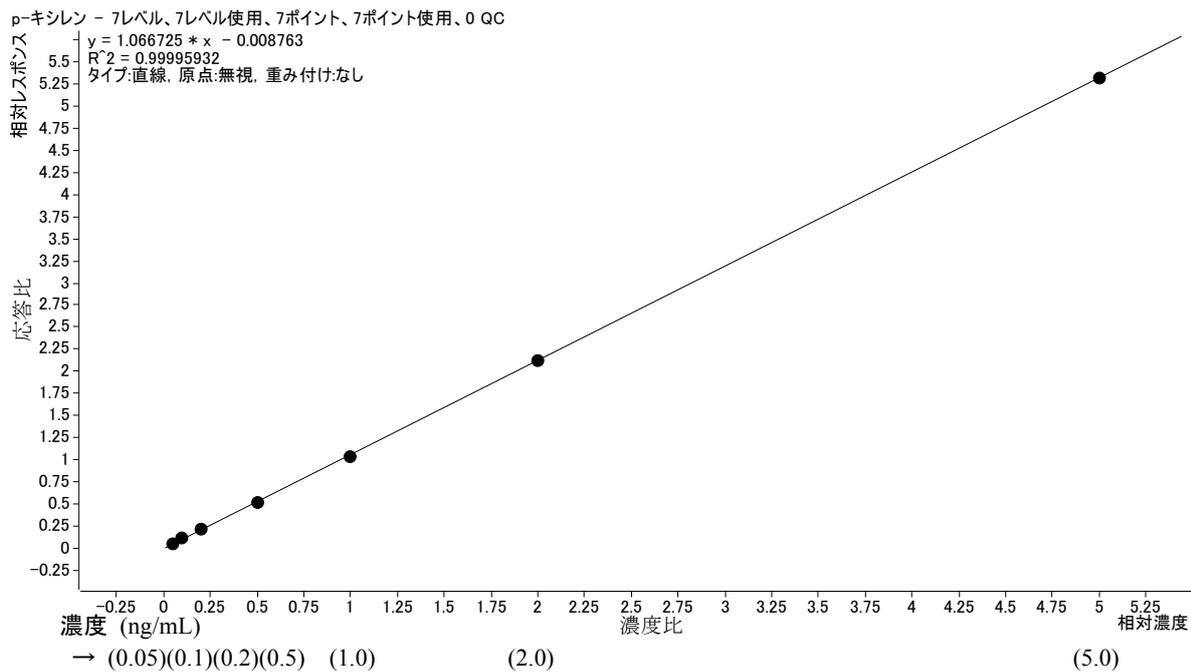


図 7-5 p-キシレンの検量線  
 (生物試料：低濃度領域 0.0500 ~ 5.00 ng/mL)

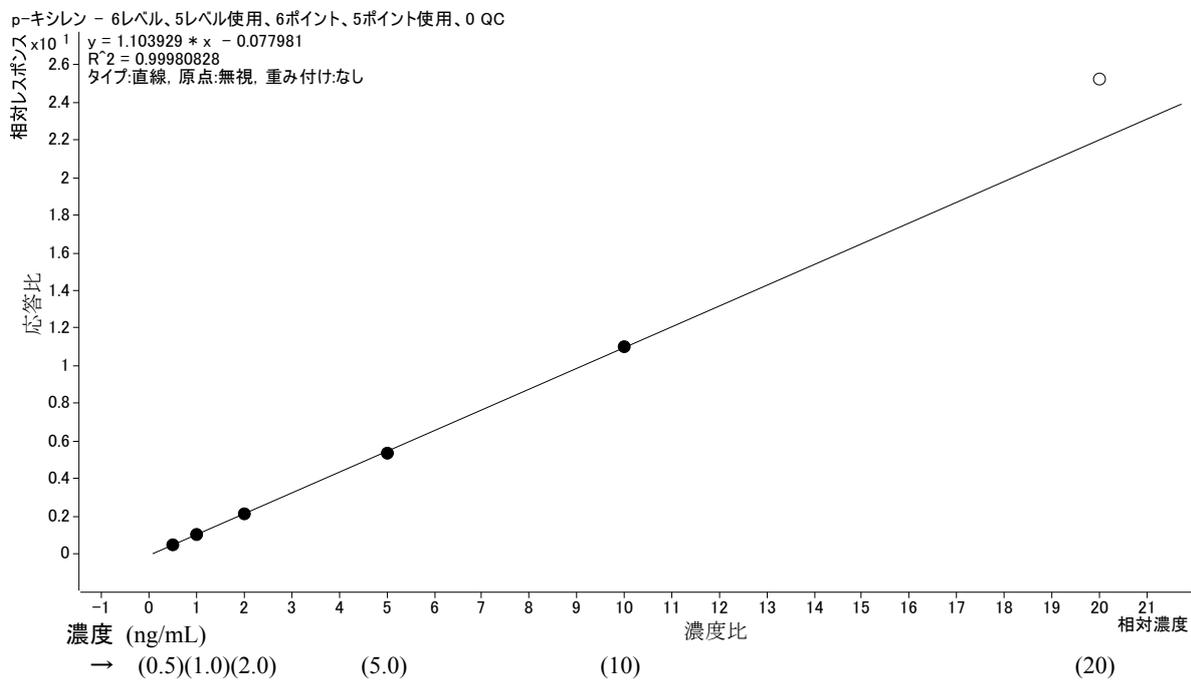


図 7-6 p-キシレンの検量線の検量線  
 (生物試料：高濃度領域 0.500 ~ 20.0 ng/mL)

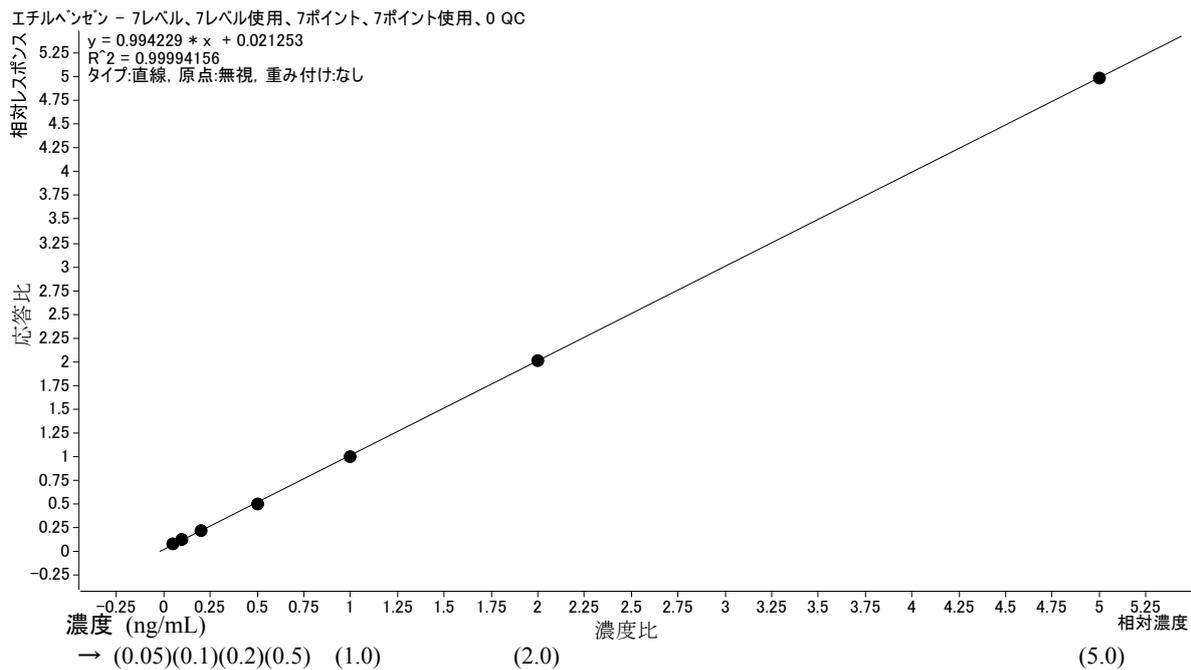


図 7-7 エチルベンゼンの検量線  
 (生物試料：低濃度領域 0.0500 ~ 5.00 ng/mL)

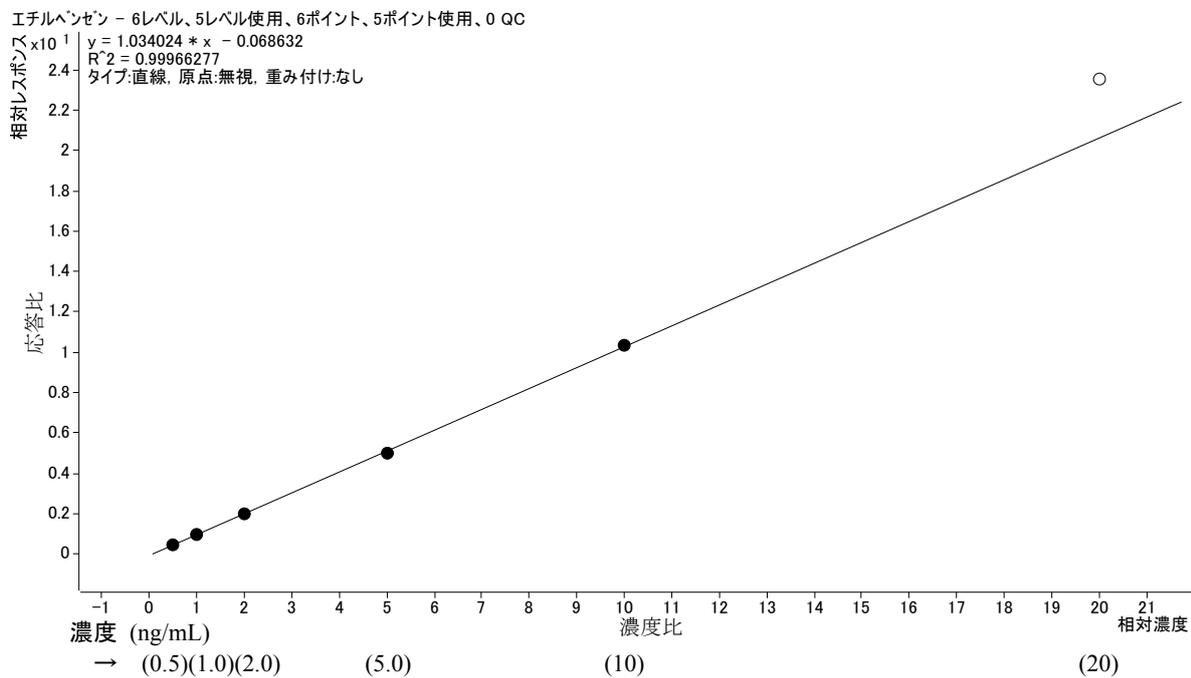


図 7-8 エチルベンゼンの検量線の検量線  
 (生物試料：高濃度領域 0.500 ~ 20.0 ng/mL)

表10-1 検量線作成用データ (生物試料: *o*-キシレン)

標準液濃度 (ng/mL) (C <sub>s</sub> )	濃度比 (C <sub>s</sub> /C <sub>is</sub> )	応答値		応答比 (A <sub>s</sub> /A <sub>is</sub> )
		対象物質(A <sub>s</sub> ) <i>o</i> -キシレン ( <i>m/z</i> 91)	サロゲート内標準(A <sub>is</sub> ) <i>o</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>6</sub> ( <i>m/z</i> 94)*	
0	0	0	15836	0
0.0500	0.0500	1822	17839	0.1021
0.100	0.100	3335	17882	0.1865
0.200	0.200	5618	15493	0.3626
0.500	0.500	13304	15428	0.8623
1.00	1.00	26041	15289	1.7033
2.00	2.00	52941	15128	3.4995
5.00	5.00	129136	14851	8.6954
10.0	10.0	267836	14828	18.0629
20.0	20.0	596331	14411	41.3803

\*: サロゲート内標準濃度: 1.00 ng/mL (C<sub>is</sub>)表10-2 検量線作成用データ (生物試料: *m*-キシレン)

標準液濃度 (ng/mL) (C <sub>s</sub> )	濃度比 (C <sub>s</sub> /C <sub>is</sub> )	応答値		応答比 (A <sub>s</sub> /A <sub>is</sub> )
		対象物質(A <sub>s</sub> ) <i>m</i> -キシレン ( <i>m/z</i> 91)	サロゲート内標準(A <sub>is</sub> ) <i>m</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub> ( <i>m/z</i> 94)*	
0	0	55794	31251	1.7854
0.0500	0.0500	36796	29019	1.2680
0.100	0.100	15199	32517	0.4674
0.200	0.200	39591	28183	1.4048
0.500	0.500	37366	35064	1.0657
1.00	1.00	40718	28568	1.4253
2.00	2.00	87865	36611	2.4000
5.00	5.00	197110	32959	5.9805
10.0	10.0	367151	32102	11.4370
20.0	20.0	699187	30469	22.9475

\*: サロゲート内標準濃度: 1.00 ng/mL (C<sub>is</sub>)

表10-3 検量線作成用データ (生物試料: *p*-キシレン)

標準液濃度 (ng/mL) (C <sub>s</sub> )	濃度比 (C <sub>s</sub> /C <sub>is</sub> )	応答値		応答比 (A <sub>s</sub> /A <sub>is</sub> )
		対象物質(A <sub>s</sub> ) <i>p</i> -キシレン ( <i>m/z</i> 91)	サロゲート内標準(A <sub>is</sub> ) <i>p</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub> ( <i>m/z</i> 94)*	
0	0	0	30432	0
0.0500	0.0500	1645	30239	0.0544
0.100	0.100	3615	33991	0.1064
0.200	0.200	6157	29098	0.2116
0.500	0.500	15180	29477	0.5150
1.00	1.00	30199	29188	1.0346
2.00	2.00	60749	28533	2.1291
5.00	5.00	149993	28151	5.3282
10.0	10.0	311921	28111	11.0960
20.0	20.0	698481	27632	25.2780

\*: サロゲート内標準濃度: 1.00 ng/mL (C<sub>is</sub>)

表10-4 検量線作成用データ (生物試料: エチルベンゼン)

標準液濃度 (ng/mL) (C <sub>s</sub> )	濃度比 (C <sub>s</sub> /C <sub>is</sub> )	応答値		応答比 (A <sub>s</sub> /A <sub>is</sub> )
		対象物質(A <sub>s</sub> ) エチルベンゼン ( <i>m/z</i> 91)	サロゲート内標準(A <sub>is</sub> ) エチルベンゼン- <i>d</i> <sub>10</sub> ( <i>m/z</i> 94)*	
0	0	1000	39921	0.0250
0.0500	0.0500	3454	39604	0.0872
0.100	0.100	5875	45234	0.1299
0.200	0.200	8592	38844	0.2212
0.500	0.500	19732	39000	0.5059
1.00	1.00	38370	38679	0.9920
2.00	2.00	76079	37736	2.0161
5.00	5.00	185984	37231	4.9954
10.0	10.0	384475	37091	10.3657
20.0	20.0	847577	35953	23.5746

\*: サロゲート内標準濃度: 1.00 ng/mL (C<sub>is</sub>)

〔標準液のクロマトグラム〕

キシレン・エチルベンゼン(各 5 ng/mL)、サロゲート内標準(1 ng/mL)及びシリンジスパイク内標準(1 ng/mL)のクロマトグラムを図 8 に示す。

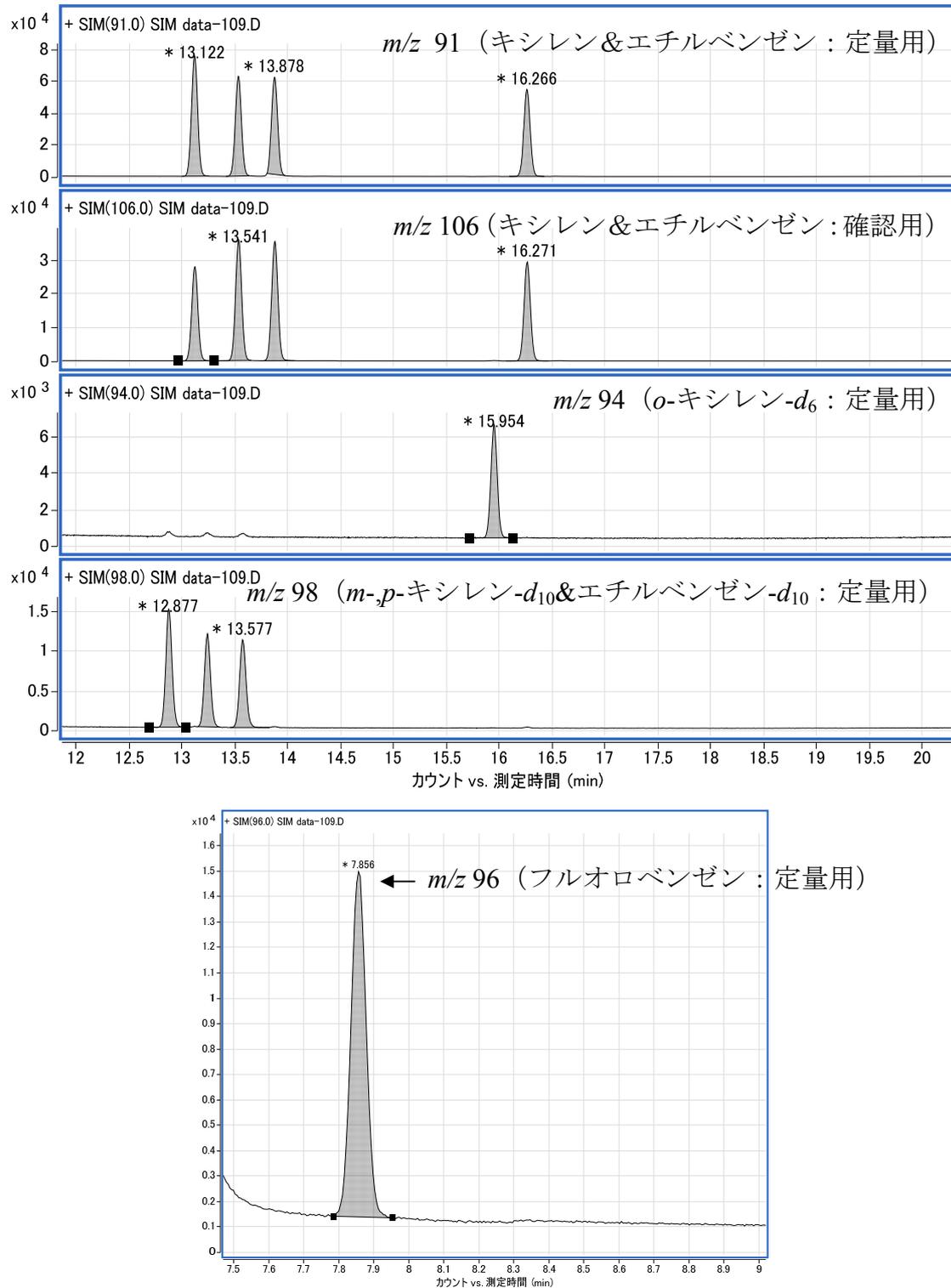


図 8 標準液のクロマトグラム

### [マススペクトル]

検量線用標準液のマススペクトルを図 9-1～図 9-9 に示す。

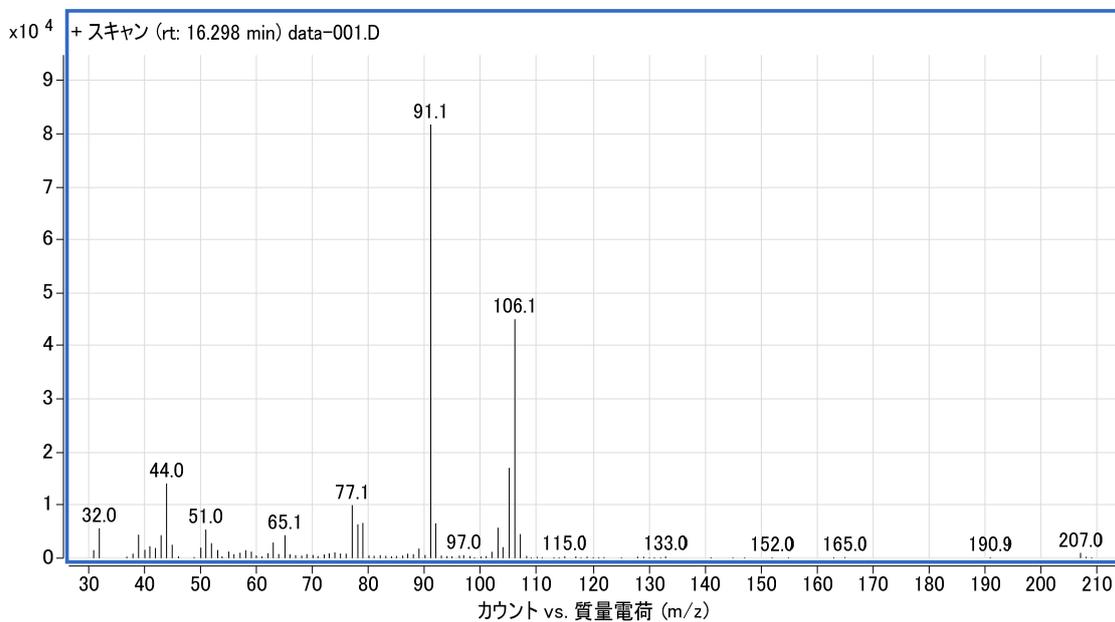


図 9-1 *o*-キシレンのマススペクトル

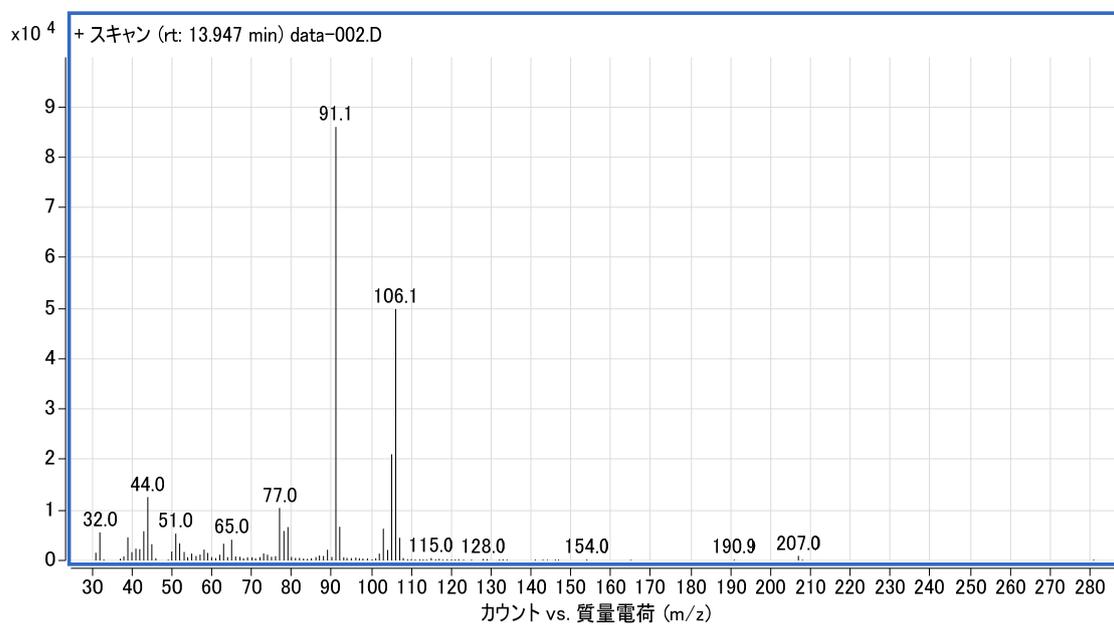


図 9-2 *m*-キシレンのマススペクトル

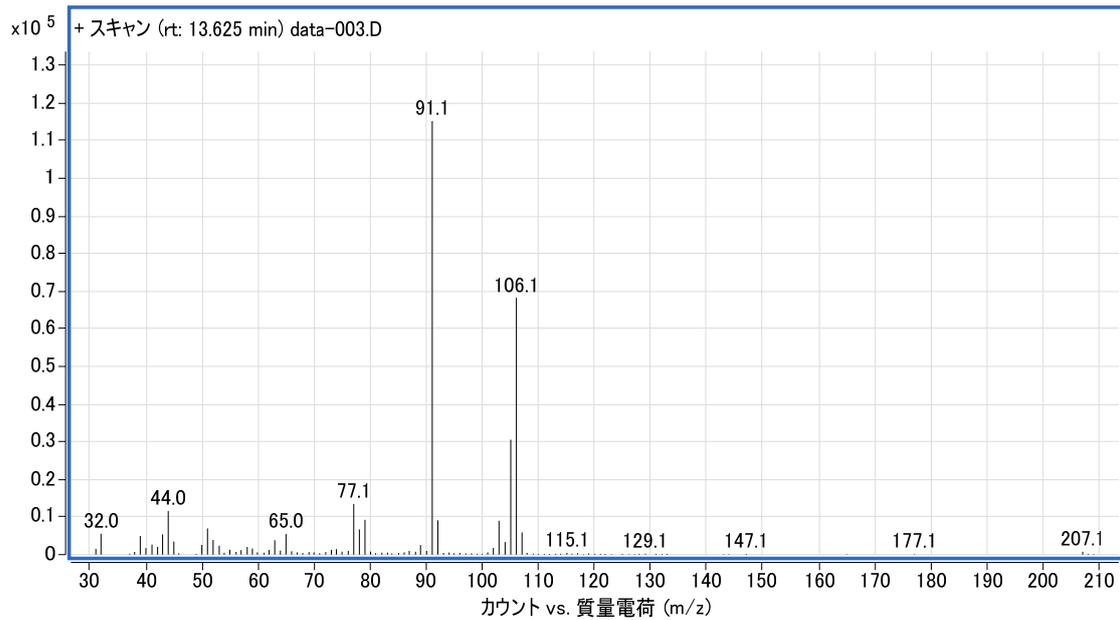


図 9-3 *p*-キシレンのマススペクトル

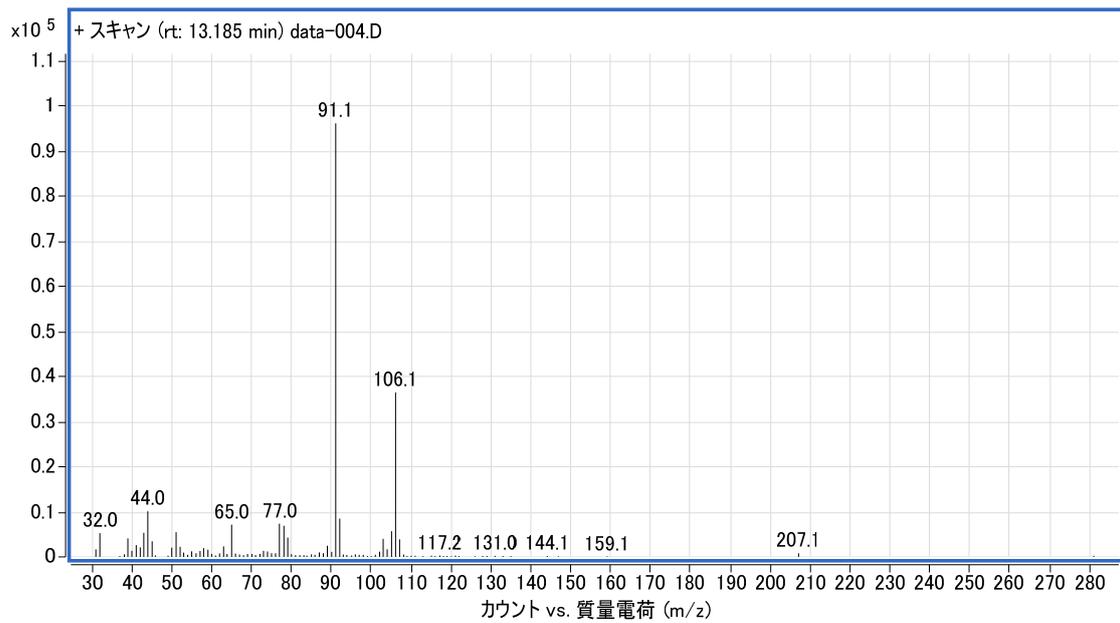


図 9-4 エチルベンゼンのマススペクトル

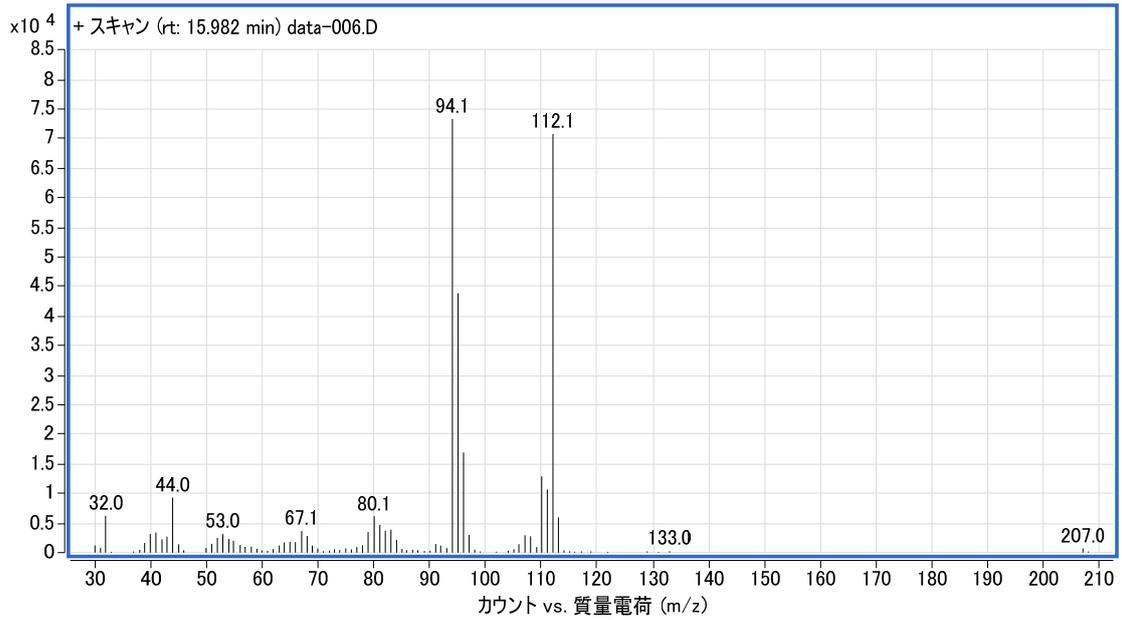


図 9-5 *o*-キシレン- $d_6$  のマススペクトル

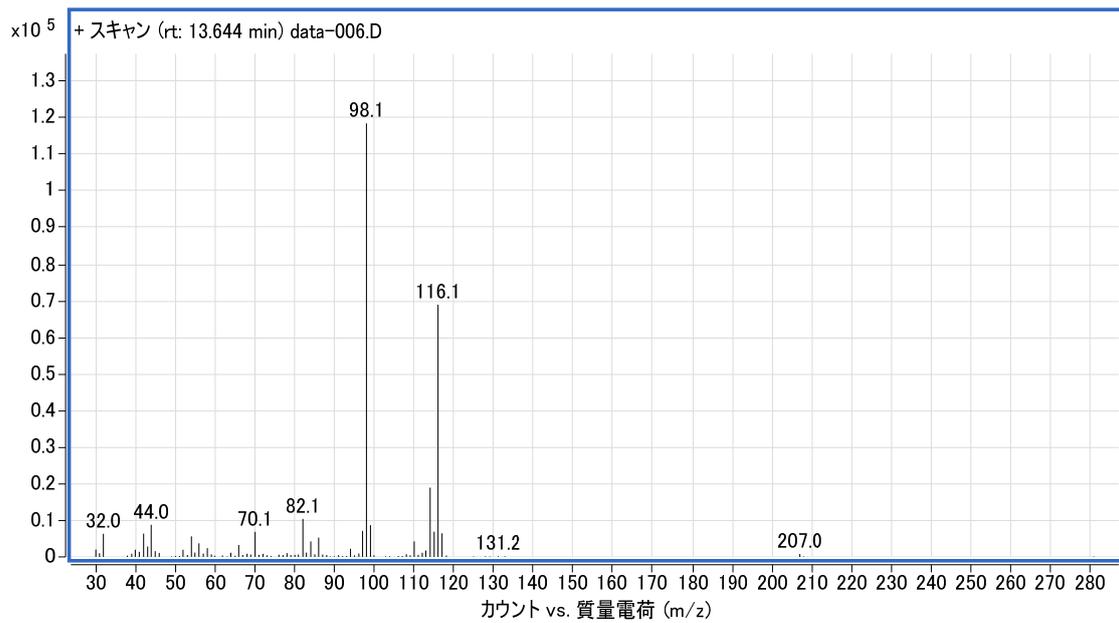


図 9-6 *m*-キシレン- $d_{10}$  のマススペクトル

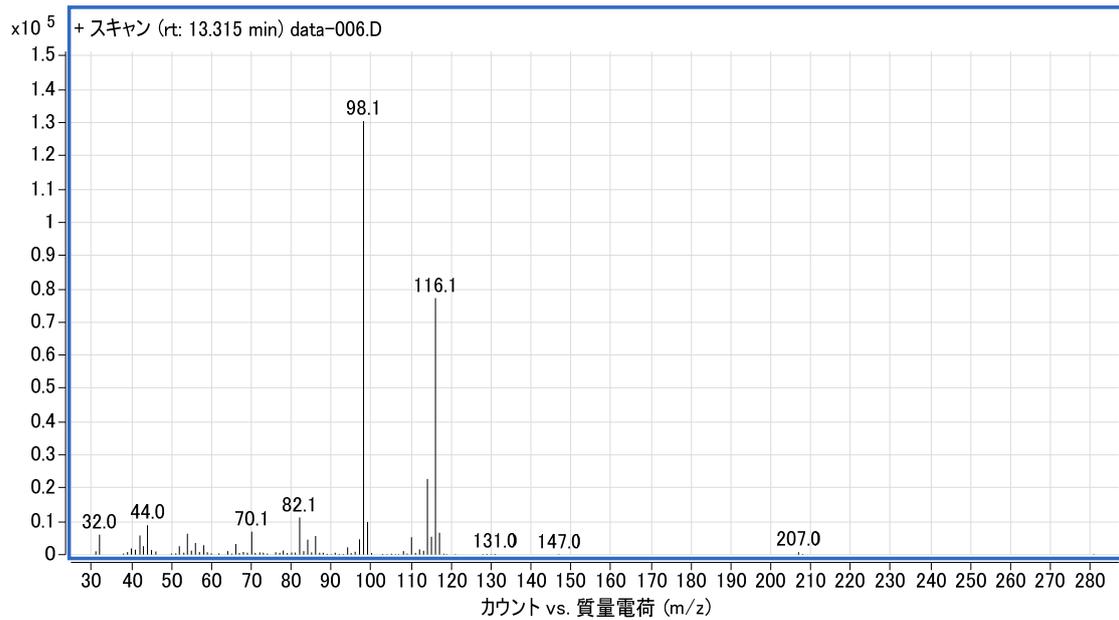


図 9-7 *p*-キシレン- $d_{10}$  のマススペクトル

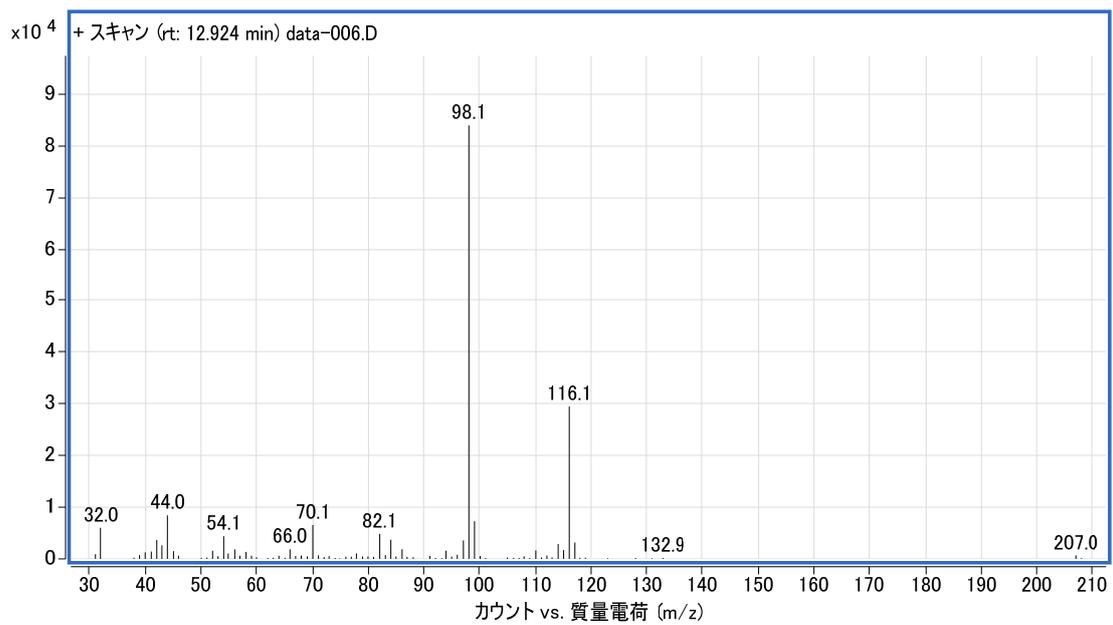


図 9-8 エチルベンゼン- $d_{10}$  のマススペクトル

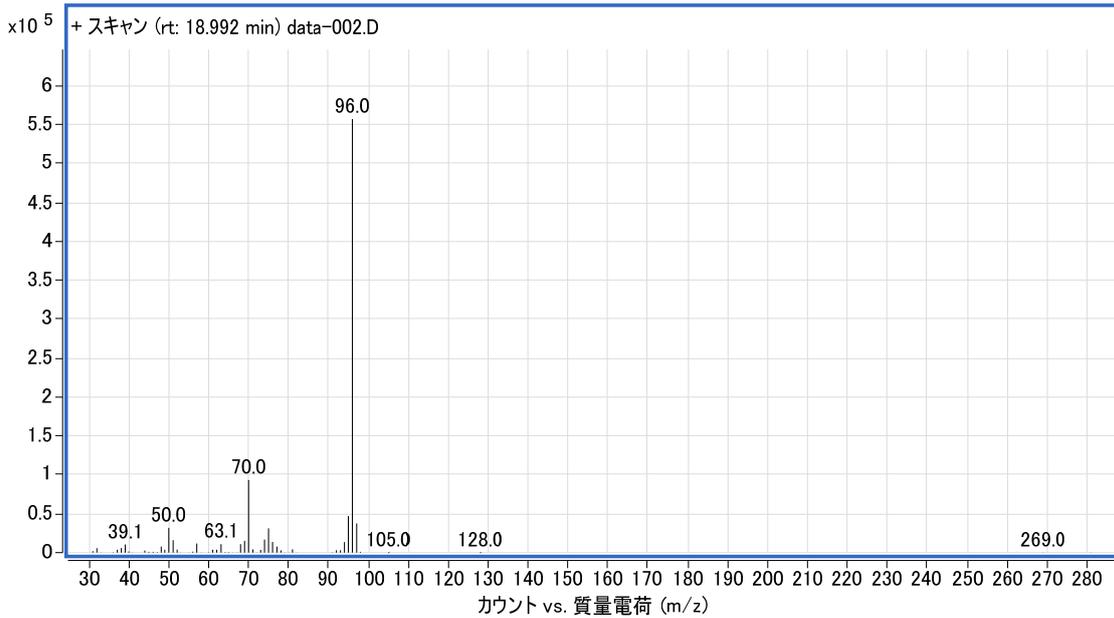


図 9-9 フルオロベンゼンのマススペクトル

〔水質試料の操作ブランク〕

精製水を用いた空試験の測定結果は図 10 のとおりであり、*o*-キシレンと *p*-キシレンは検出しなかった。一方、エチルベンゼンと *m*-キシレンは検出したが、S/N 比は 10 以下であった (エチルベンゼン: S/N = 2.5、*m*-キシレン: S/N = 3.4)。

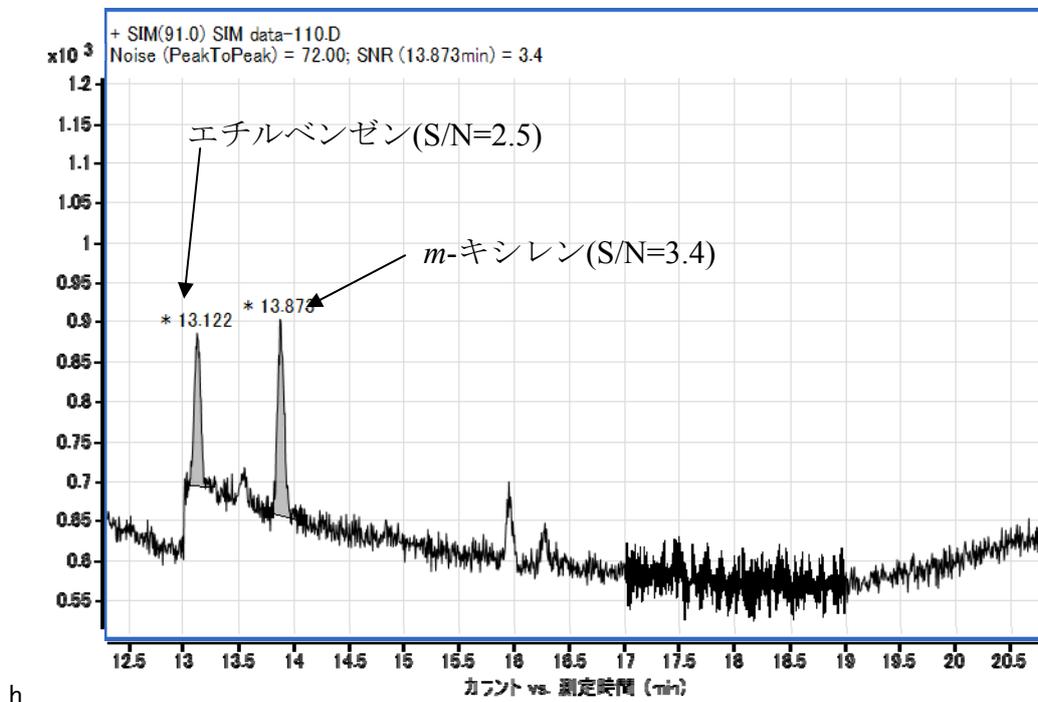


図 10 BL 試料測定時のクロマトグラム (水質試料)

〔生物試料の操作ブランク〕

精製水を用いた空試験の測定結果は図 11 のとおりであり、*m*-キシレン (S/N = 55 : 126 ng/g) のピークが検出された。なお、この *m*-キシレンは、精製水に添加したメタノール由来と推測される。

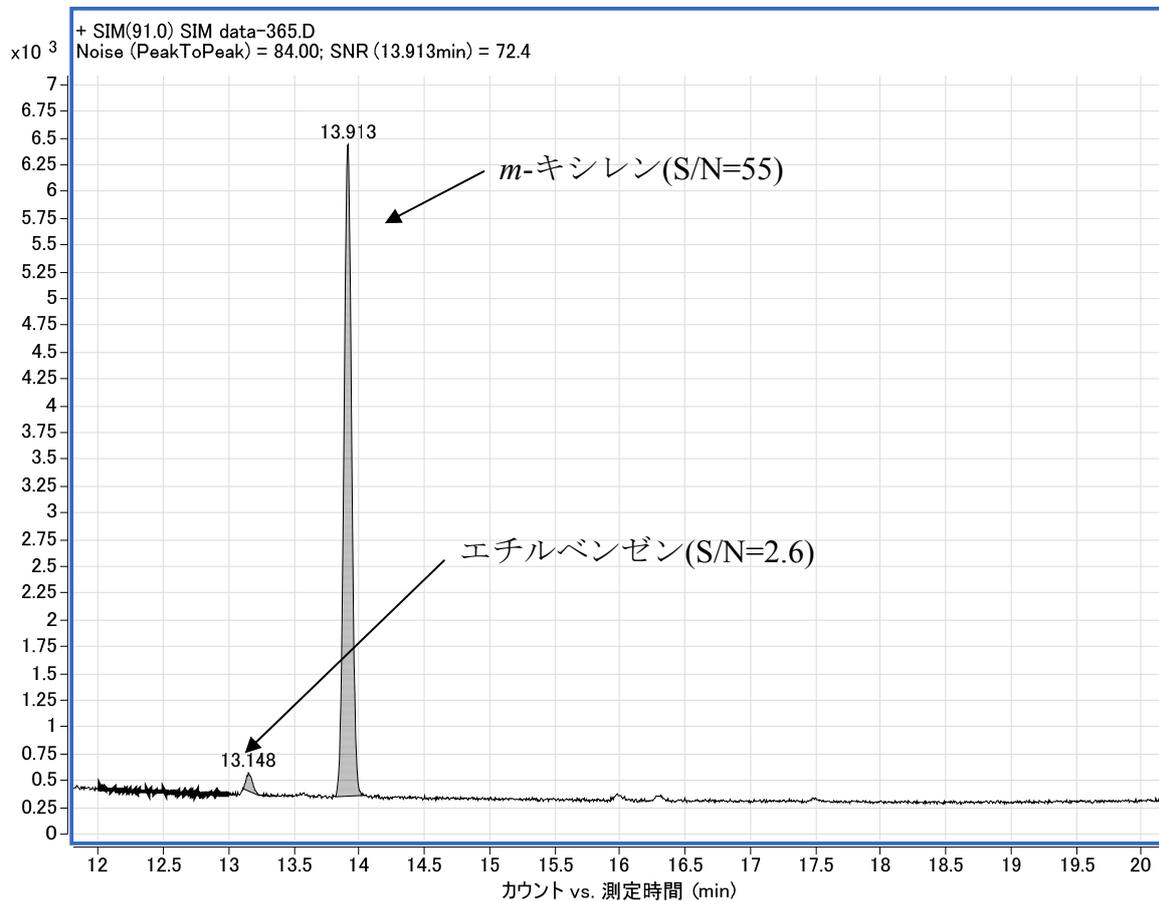


図 11 ブランク試料測定時のクロマトグラム (生物試料)

〔水質試料の添加回収試験〕

河川水及び海水への標準物質添加回収試験結果を表 11 及び表 12 に、クロマトグラムを図 12-1 ～ 図 12-4 に示す。

河川水及び海水に対する添加回収試験では、回収率が 91 ～ 108 % と良好な結果が得られた。また、サロゲート内標準の回収率は、河川水が 97 ～ 99 %、海水が 93 ～ 97 % であった。

なお、河川水、海水の無添加試料から *m*-キシレンが検出された。

表 11 添加回収試験結果（水質試料）

試料名	物質名	試料量 (mL)	添加量 (ng)	試験 数	検出濃度* (ng/mL)	回収率* (%)	変動係数 (%)
河川水 (鈴鹿市 中ノ川)	<i>o</i> -キシレン	10.0	0	7	ND	-	-
		10.0	1.00	7	0.106	106	0.7
	<i>m</i> -キシレン	10.0	0	7	0.082	-	58
		10.0	1.00	7	0.173	91	8.2
	<i>p</i> -キシレン	10.0	0	7	ND	-	-
		10.0	1.00	7	0.099	99	0.7
	エチルベンゼン	10.0	0	7	ND	-	-
		10.0	1.00	7	0.108	108	0.6
海水 (伊勢湾)	<i>o</i> -キシレン	10.0	0	2	ND	-	-
		10.0	1.00	5	0.102	102	1.6
	<i>m</i> -キシレン	10.0	0	2	0.083	-	-
		10.0	1.00	5	0.186	104	7.5
	<i>p</i> -キシレン	10.0	0	2	ND	-	-
		10.0	1.00	5	0.101	101	1.0
	エチルベンゼン	10.0	0	2	ND	-	-
		10.0	1.00	5	0.108	108	1.2

\*: 検出濃度及び回収率はサロゲート補正後の値

表 12 添加回収試験におけるサロゲート内標準の回収率（水質試料）

試料名	物質名	試料量 (mL)	添加量 (ng)	試験数	回収率 (%)	変動係数 (%)
河川水 (鈴鹿市 中ノ川)	<i>o</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>6</sub>	10.0	10.0	7	98	6.9
	<i>m</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	10.0	7	99	7.4
	<i>p</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	10.0	7	99	7.2
	エチルベンゼン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	10.0	7	97	6.7
海水 (伊勢湾)	<i>o</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>6</sub>	10.0	10.0	5	95	6.7
	<i>m</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	10.0	5	93	7.5
	<i>p</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	10.0	5	93	7.6
	エチルベンゼン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	10.0	5	97	6.3

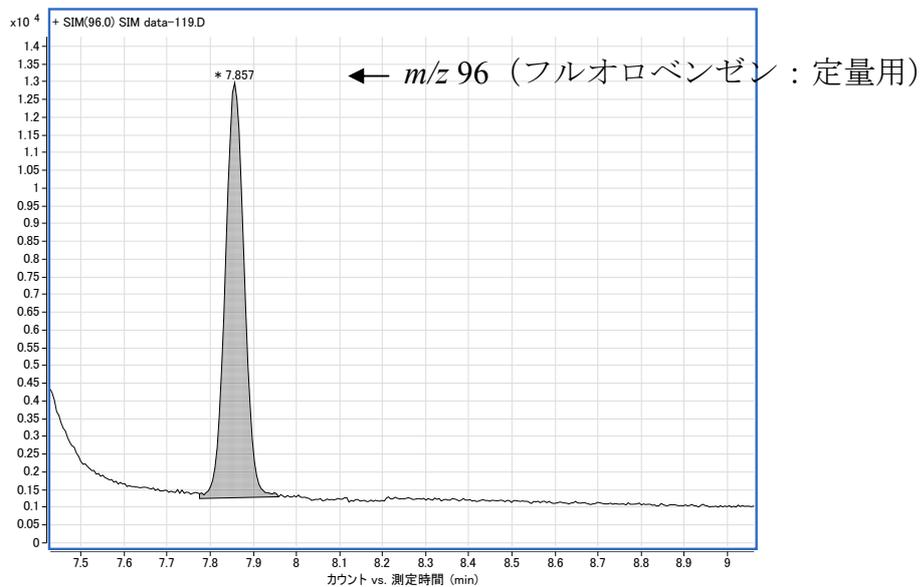
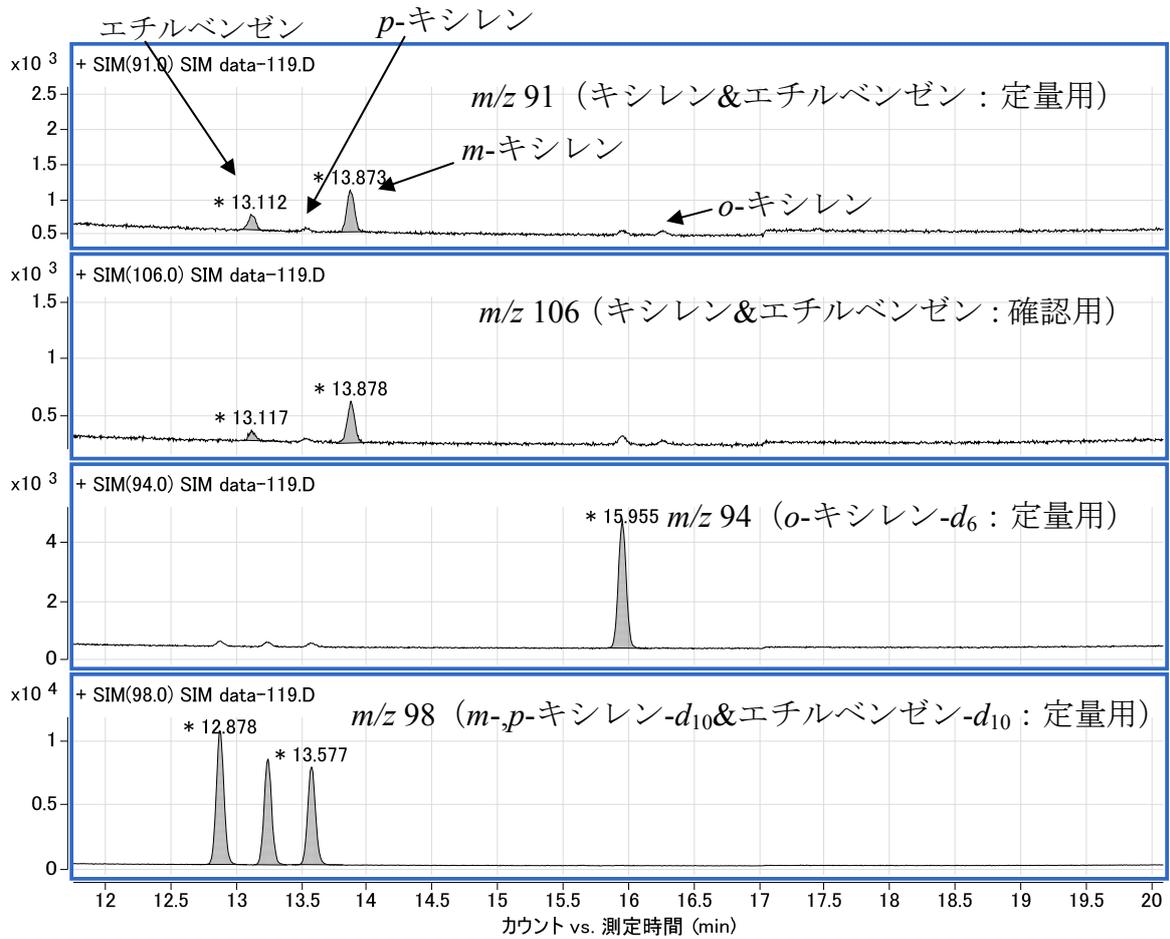


図 12-1 無添加試料 (河川水) のクロマトグラム

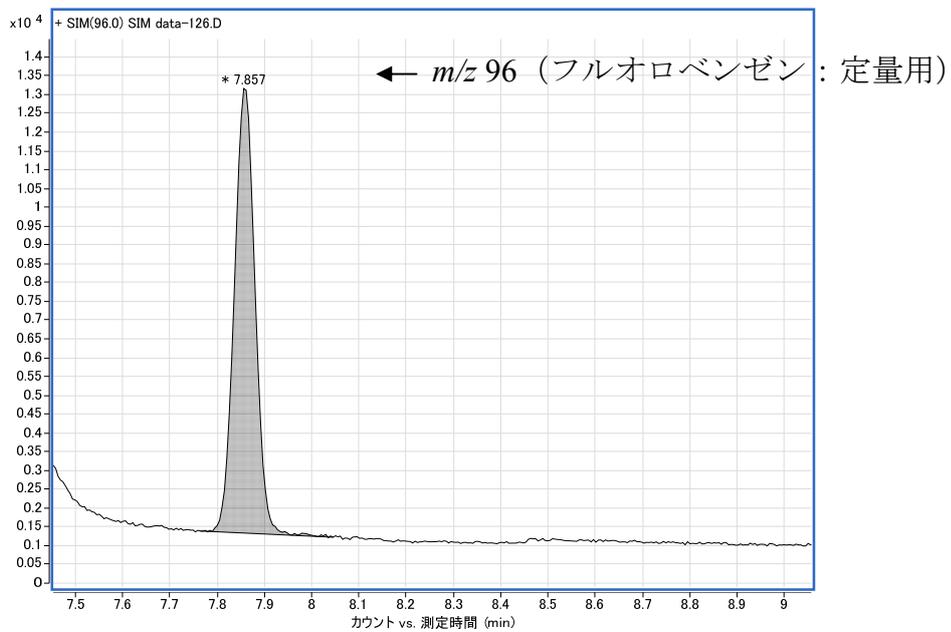
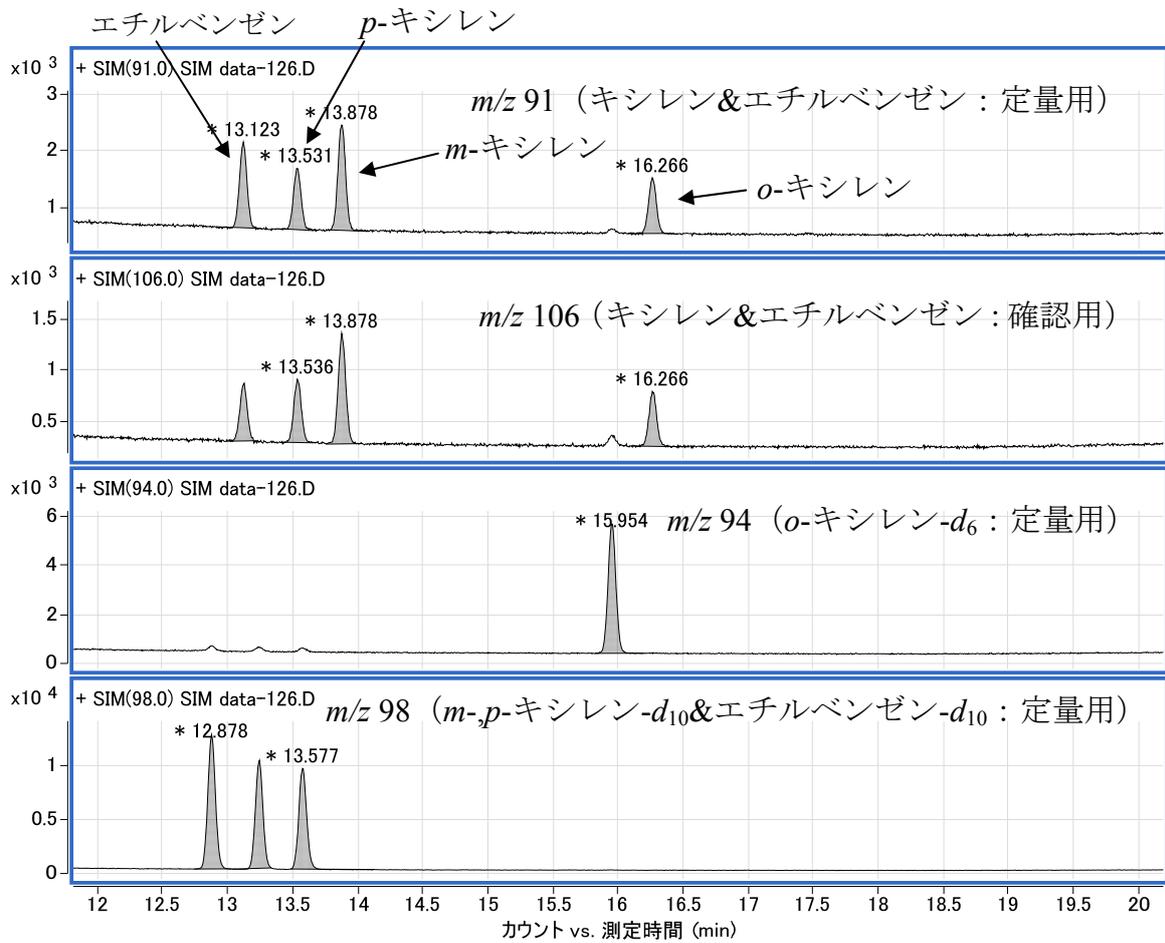


図 12-2 添加回収試験 (河川水) のクロマトグラム

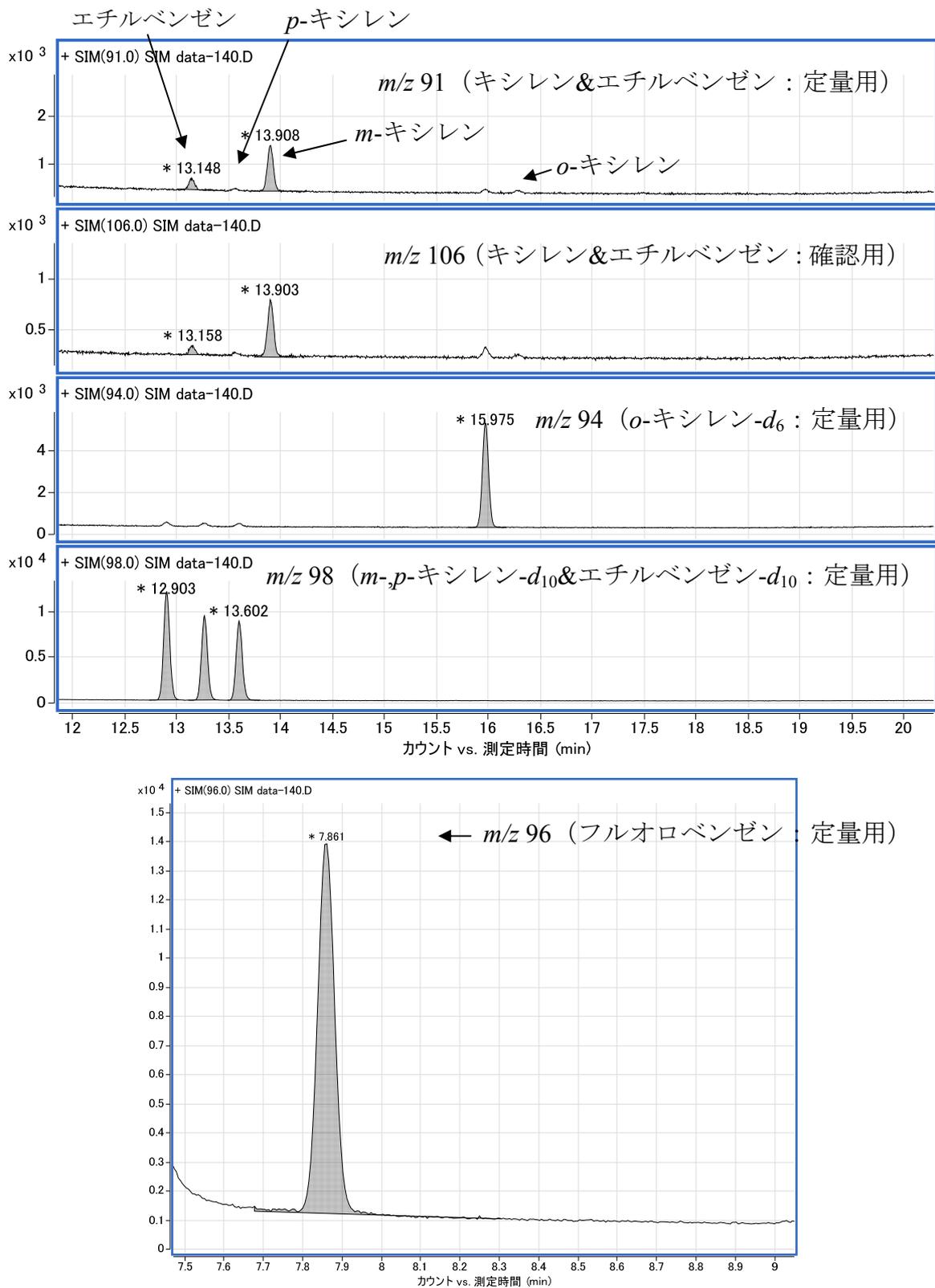


図 12-3 無添加試料 (海水) のクロマトグラム

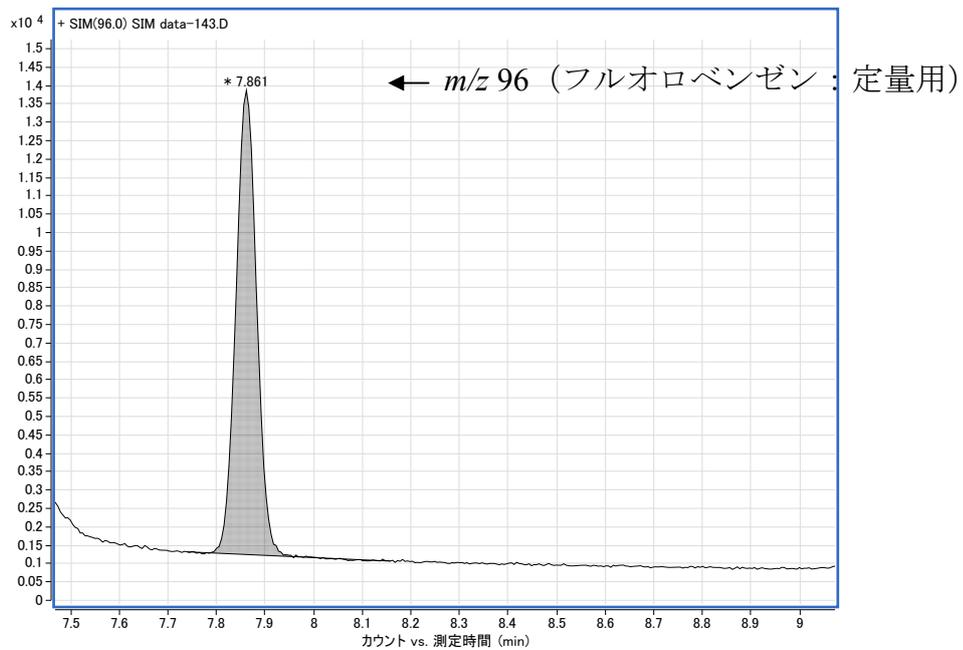
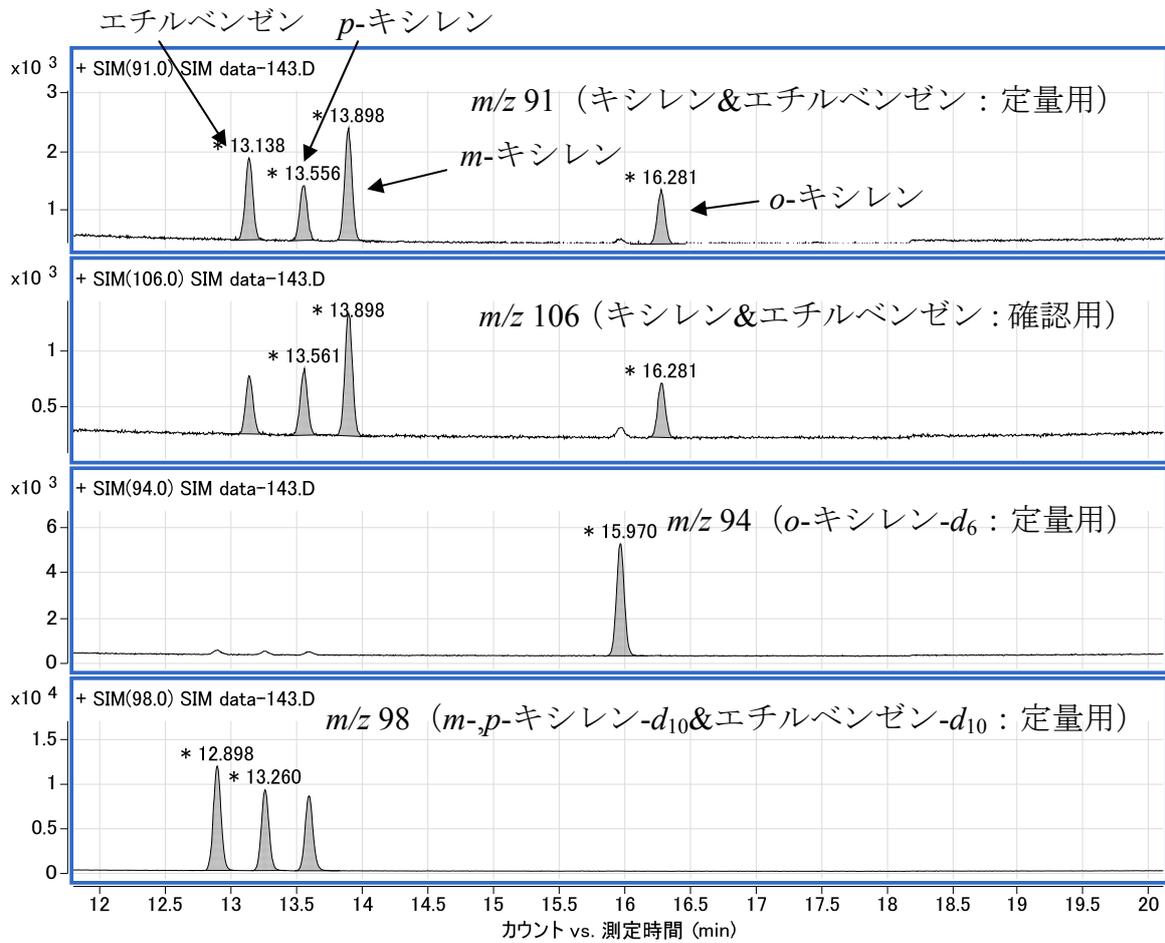


図 12-4 添加回収試験 (海水) のクロマトグラム

〔生物試料の添加回収試験〕

カツオ及びホウボウへの標準物質添加回収試験結果を表 13 及び表 14 に、クロマトグラムを図 13-1 ～図 13-6 に示す。

カツオ及びホウボウに対する添加回収試験では、回収率が 89 ～ 113 % と良好な結果が得られた。また、サロゲート内標準の回収率は、カツオが 56 ～ 67 %、ホウボウが 72 ～ 77 % であった。

なお、カツオ及びホウボウの無添加試料から、*m*-キシレンとエチルベンゼンが検出された。

表 13 添加回収試験結果（生物試料）

試料名	物質名	試料量 (g-wet)	添加量 (ng)	試験 数	検出濃度* (ng/ g-wet)	回収率* (%)	変動係数 (%)
カツオ (尾鷲沖)	<i>o</i> -キシレン	10.0	0	7	ND	-	-
		10.0	200	7	22.5	113	2.6
	<i>m</i> -キシレン	10.0	0	7	198	-	30
		10.0	1000	7	1080	89	5.0
	<i>p</i> -キシレン	10.0	0	7	ND	-	-
		10.0	200	7	20.8	104	6.4
	エチルベン ゼン	10.0	0	7	8.85	-	13
		10.0	200	7	27.4	93	5.5
ホウボウ (伊勢湾 内)	<i>o</i> -キシレン	10.0	0	3	ND	-	-
		10.0	200	5	22.6	113	3.2
	<i>m</i> -キシレン	10.0	0	3	63.0	-	-
		10.0	1000	5	1110	104	4.4
	<i>p</i> -キシレン	10.0	0	3	ND	-	-
		10.0	200	5	21.2	106	2.7
	エチルベン ゼン	10.0	0	3	7.85	-	-
		10.0	200	5	25.7	89	2.1

\*: 検出濃度及び回収率はサロゲート補正後の値

表 14 添加回収試験におけるサロゲート内標準の回収率（生物試料）

試料名	物質名	試料量 (mL)	添加量 (ng)	試験数	回収率 (%)	変動係数 (%)
カツオ (尾鷲沖)	<i>o</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>6</sub>	10.0	1000	7	67	8.7
	<i>m</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	1000	7	56	8.0
	<i>p</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	1000	7	65	9.1
	エチルベンゼン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	1000	7	62	8.8
ハウボウ (伊勢湾 内)	<i>o</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>6</sub>	10.0	1000	5	77	7.7
	<i>m</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	1000	5	72	4.7
	<i>p</i> -キシレン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	1000	5	72	11.8
	エチルベンゼン- <i>d</i> <sub>10</sub>	10.0	1000	5	76	7.9

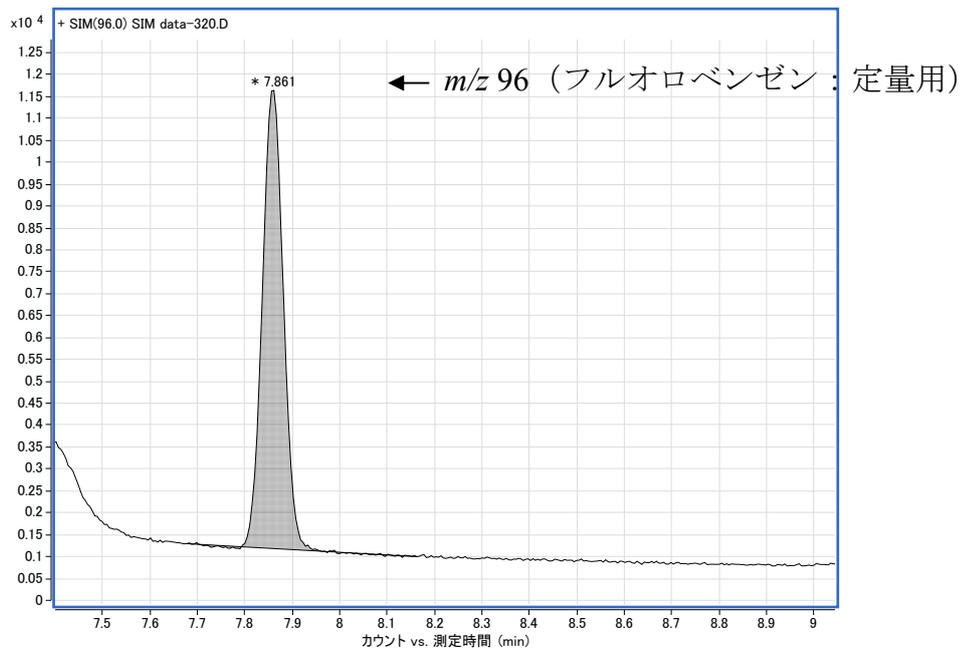
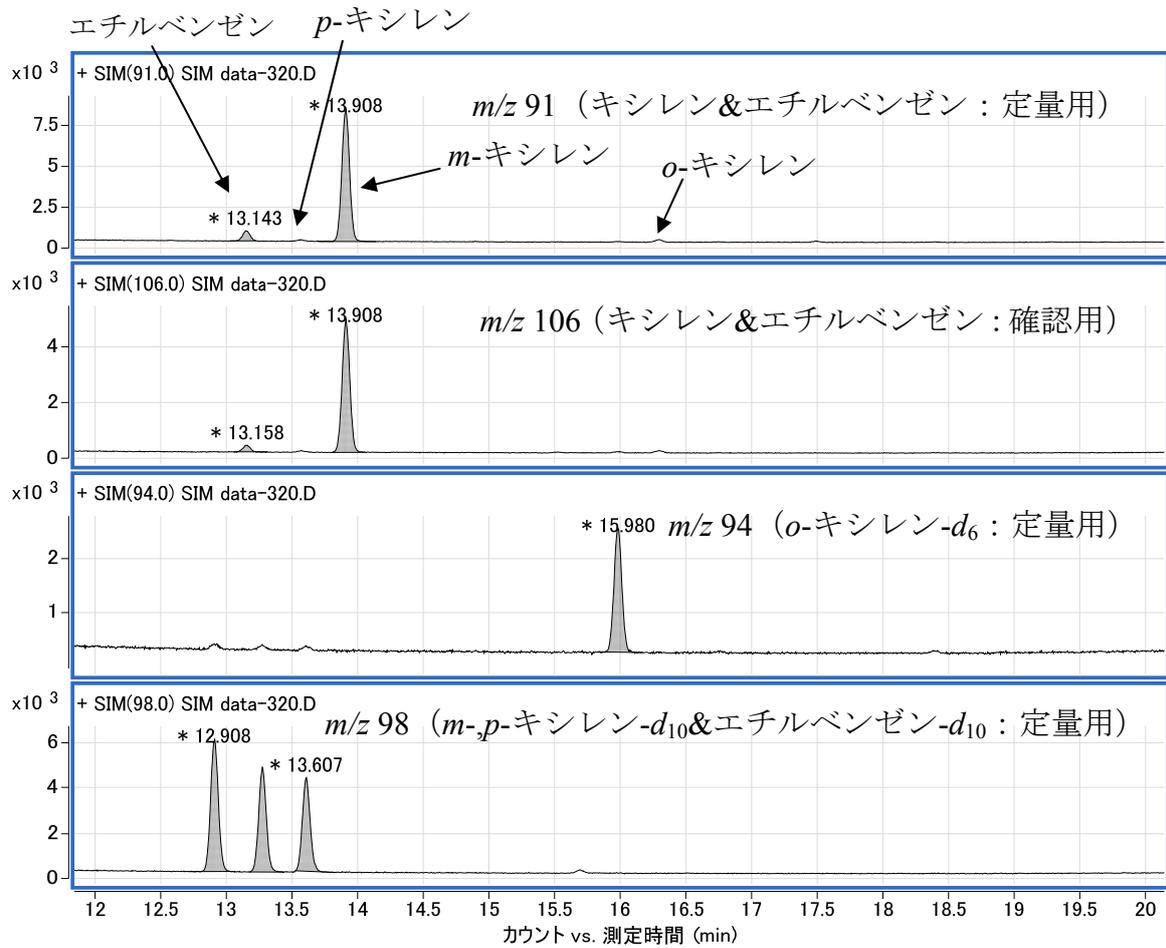


図 13-1 無添加試料 (カツオ) のクロマトグラム

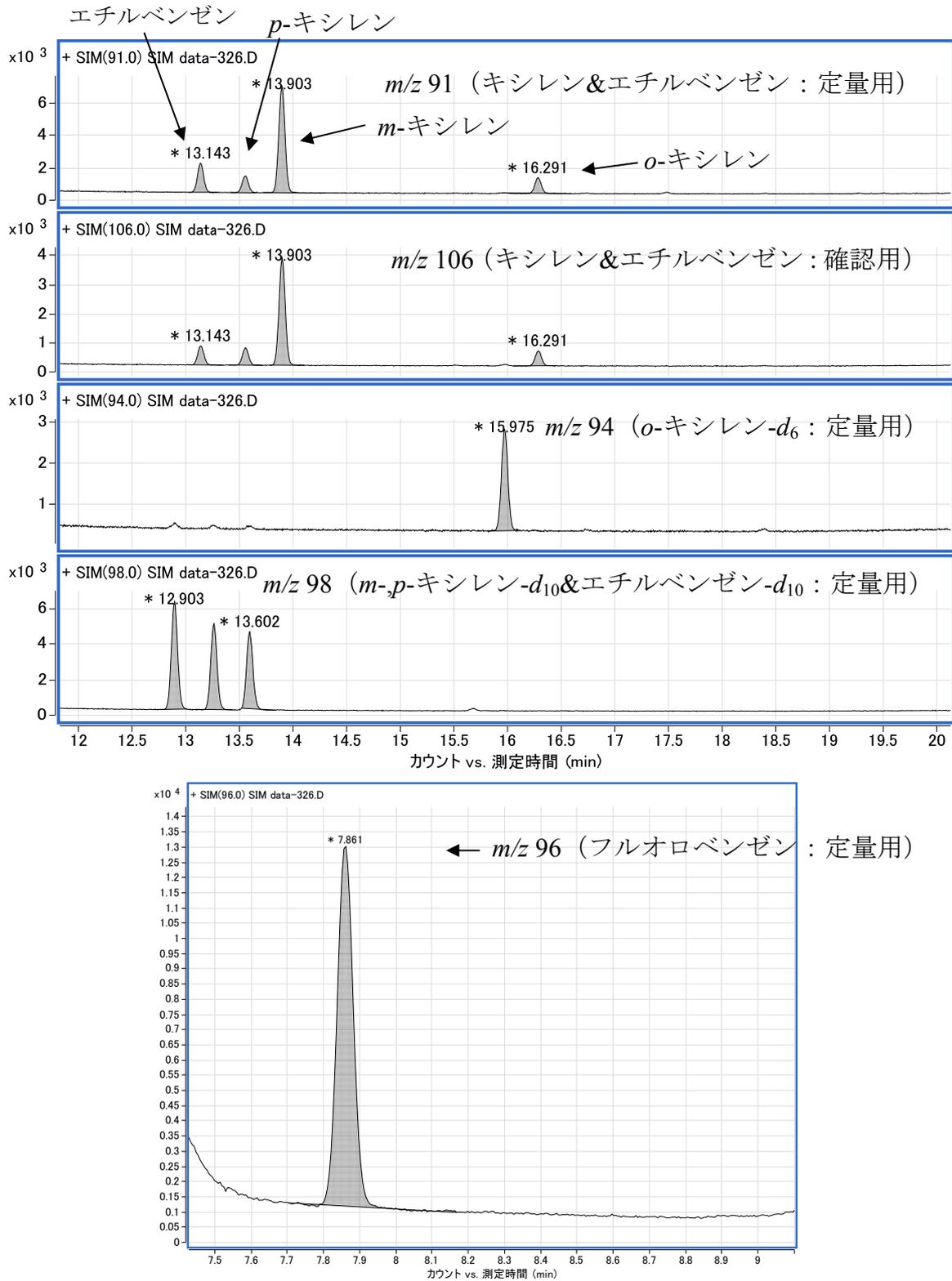


図 13-2 添加回収試験 (カツオ: 200 ng) のクロマトグラム

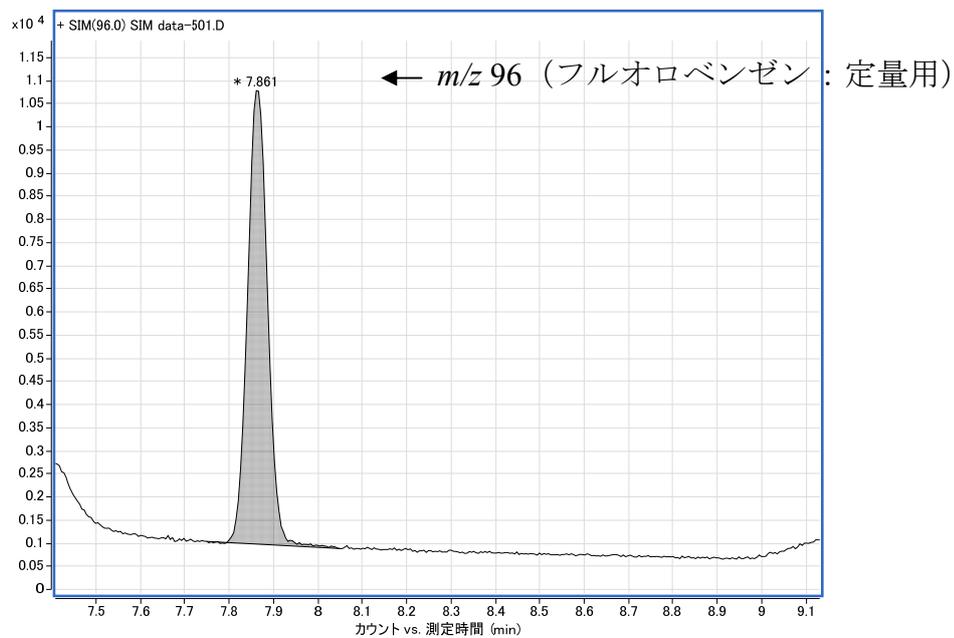
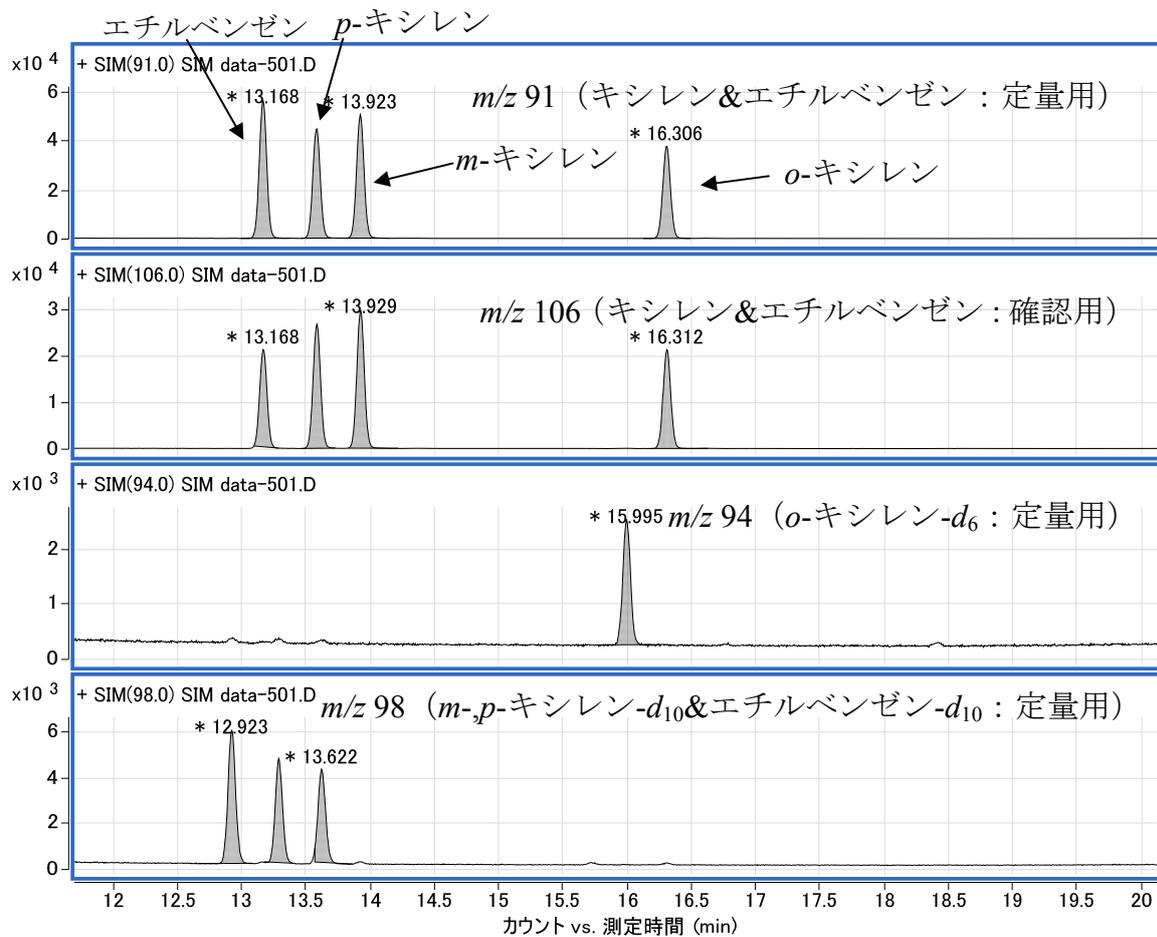


図 13-3 添加回収試験 (カツオ: 1000 ng) のクロマトグラム

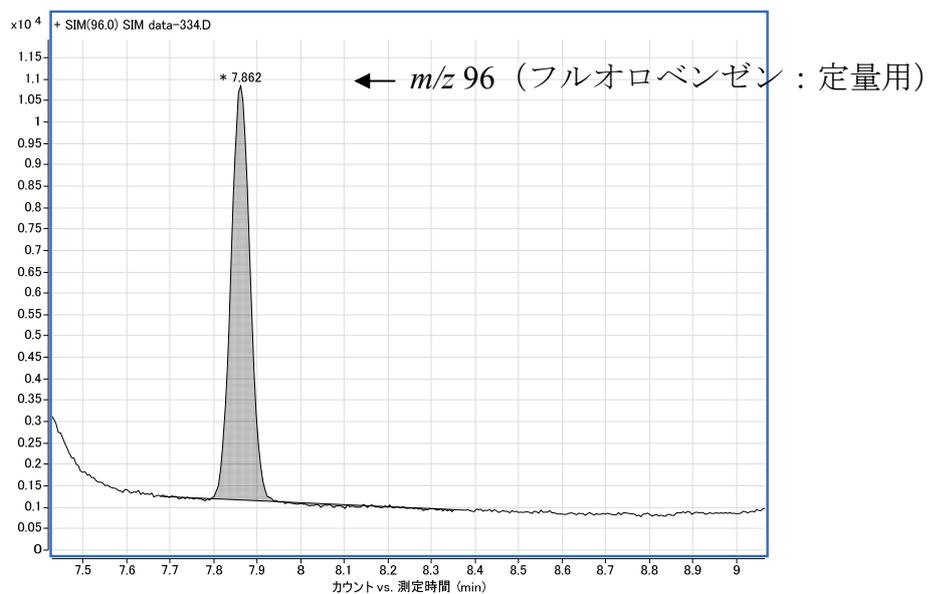
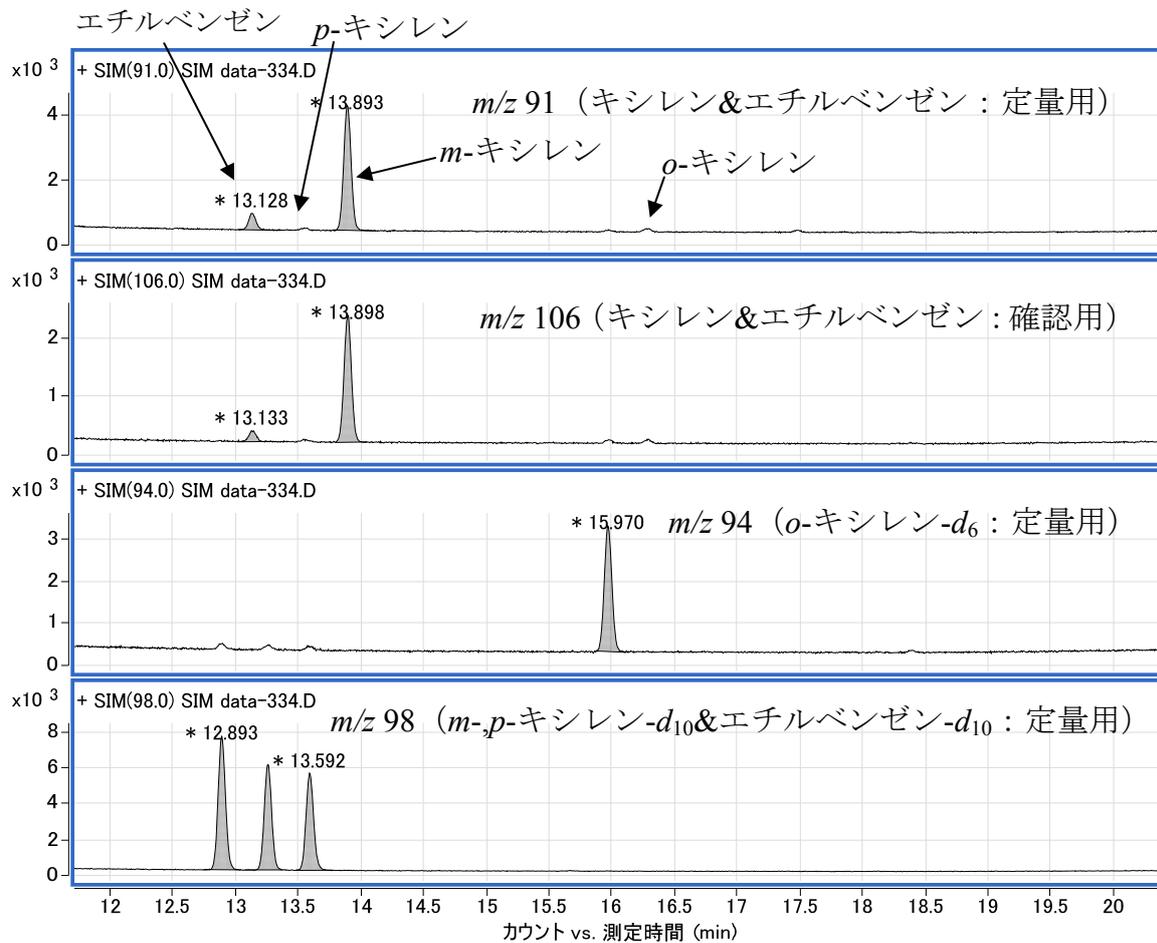


図 13-4 無添加試料 (ホウボウ) のクロマトグラム

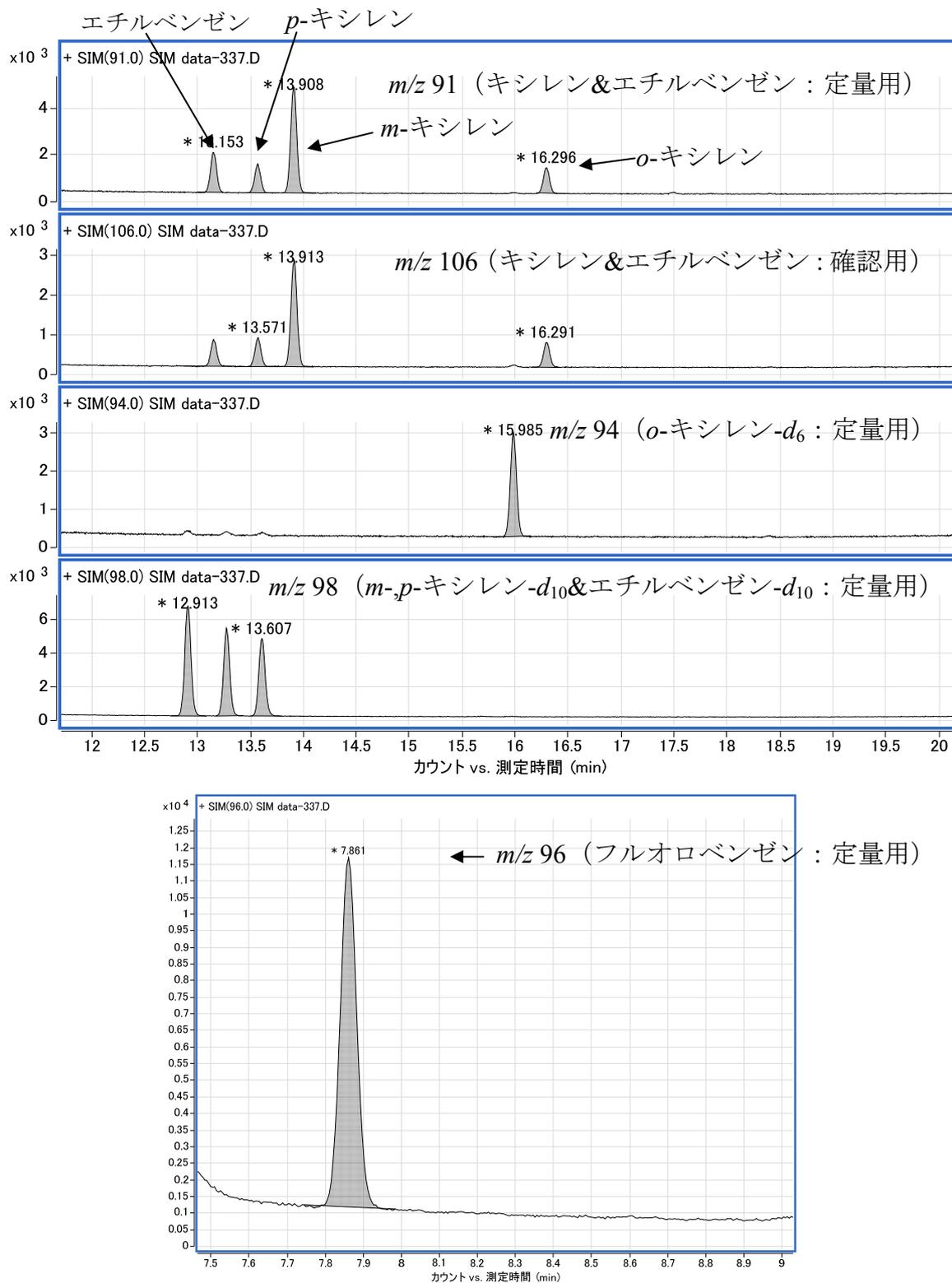


図 13-5 添加回収試験 (ホウボウ : 200 ng) のクロマトグラム

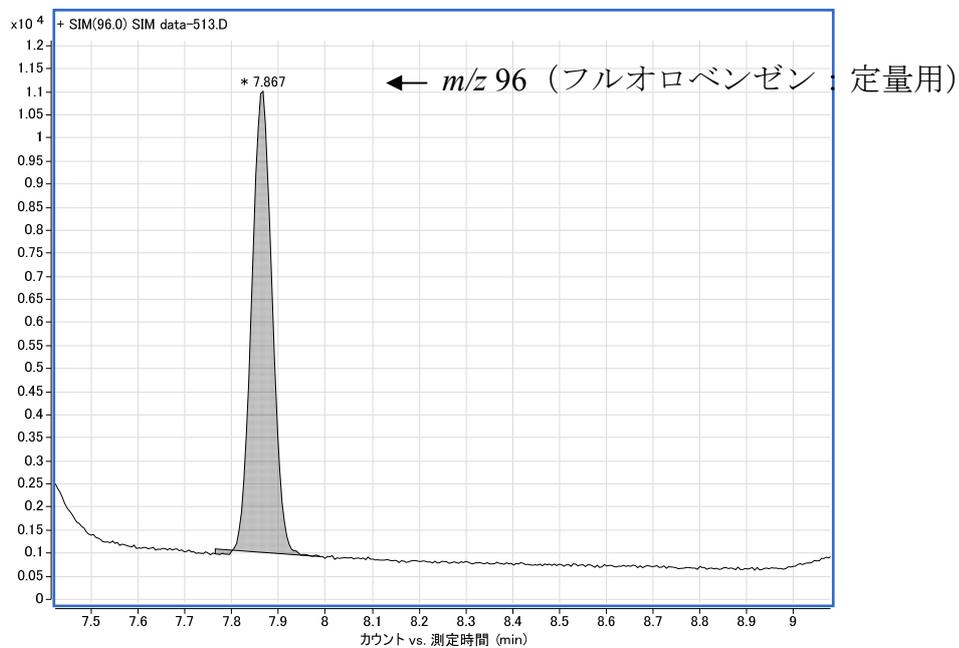
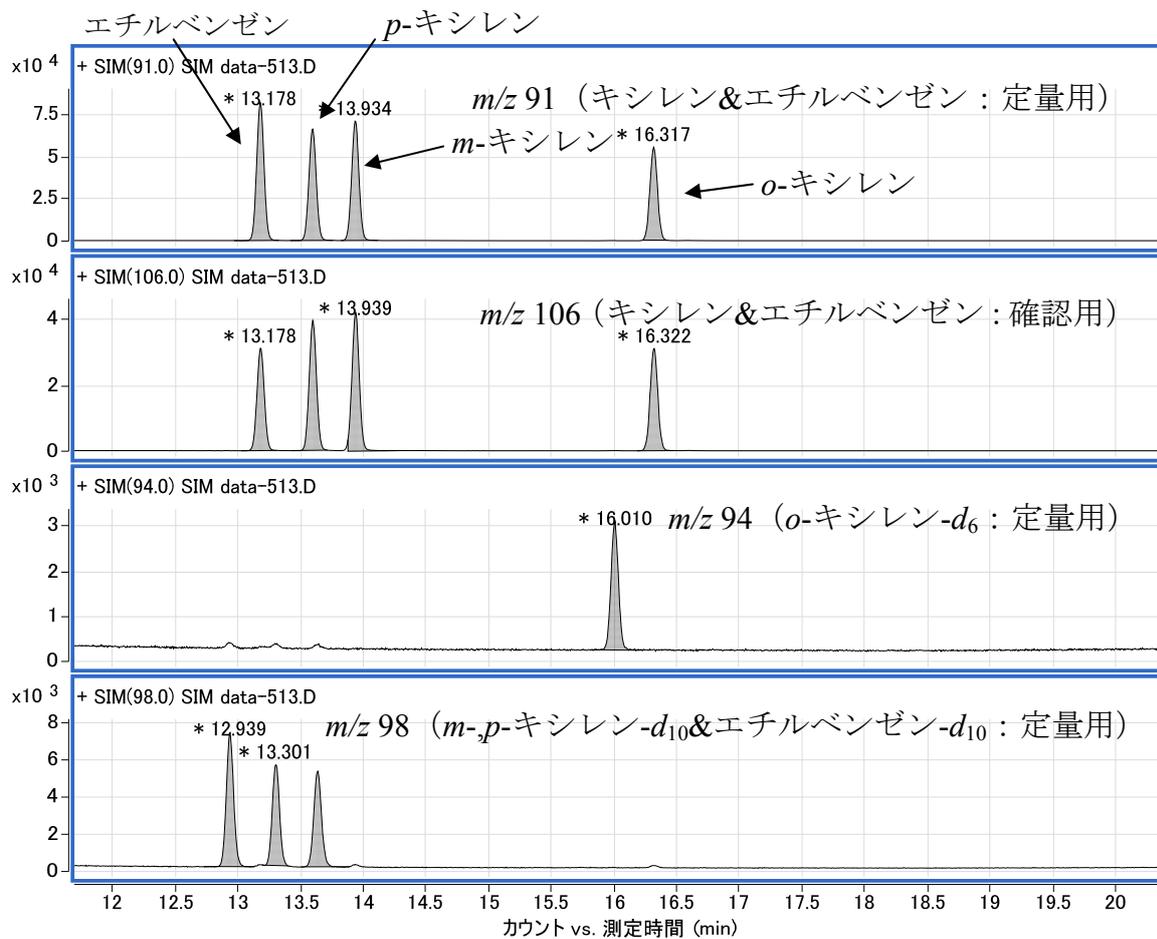


図 13-6 添加回収試験 (ハウボウ: 1000 ng) のクロマトグラム

### 〔分解性スクリーニング試験〕

キシレン及びエチルベンゼンの分解性スクリーニング試験結果を表 15 に示す。

キシレン及びエチルベンゼンともに、pH5、pH7（暗所及び明所）及び pH9 に調整した試料については、7 日間安定であった。

表 15 キシレン及びエチルベンゼンの分解性スクリーニング試験結果

物質名	試験数	pH	調製濃度 (µg/L)	1 時間後の検出濃度 (µg/L) (残存率(%)*)	7 日間後の検出濃度 (µg/L) (残存率(%)*)	
					暗所	明所
o-キシレン	2	5	1.00	1.01 (101)	1.01 (101)	-
	2	7	1.00	1.02 (102)	1.02 (102)	1.01 (101)
	2	9	1.00	1.01 (101)	1.00 (100)	-
m-キシレン	2	5	1.00	1.25 (125)	1.19 (119)	-
	2	7	1.00	1.27 (127)	1.27 (127)	1.17 (117)
	2	9	1.00	1.20 (120)	1.23 (123)	-
p-キシレン	2	5	1.00	1.00 (100)	0.990 (99.0)	-
	2	7	1.00	1.01 (101)	0.995 (99.5)	0.985 (98.5)
	2	9	1.00	1.00 (100)	0.980 (98.0)	-
エチルベンゼン	2	5	1.00	1.04 (104)	1.03 (103)	-
	2	7	1.00	1.07 (107)	1.05 (105)	1.03 (103)
	2	9	1.00	1.02 (102)	1.02 (102)	-

\*: 残存率(%): 調製濃度に対する検出濃度の割合

### 〔保存性試験〕

河川水、生物粗抽出液及び標準液の保存性試験結果を表 16 に示す。

河川水の保存液については、河川水（鈴鹿市中ノ川）40 mL に o-,m-,p-キシレン及びエチルベンゼンを各 40.0 ng を添加し調製した。調製後は、密栓し、冷暗所（4℃）で保存し、調製直後、7 日及び 14 日保存した試料を測定した。試験の結果、河川水保存液中のキシレン及びエチルベンゼンは 7 日間、14 日間ともに安定であった。

生物粗抽出液については、カツオ 10 g から抽出した抽出液 50 mL に、o-,m-,p-キシレン及びエチルベンゼンを各 700 ng 添加し調製した（抽出液濃度: 14.0 µg/L）。調製後は冷暗所（4℃）で保存し、調製直後、7 日及び 14 日保存した試料を測定した。試験の結果、生物粗抽出液中のキシレン及びエチルベンゼンは 7 日間、14 日間ともに安定であった。

標準液については、キシレン及びエチルベンゼンともに1ヶ月間安定であった。

表 16 河川水、粗抽出保存液及び標準液の保存性試験結果

試料名	物質名	試験数	調製濃度 (µg/L)	検出濃度 (µg/L) (残存率(%)) *		
				7日間	14日間	1ヶ月間
河川水	<i>o</i> -キシレン	2	1.00	0.885 (88.5)	0.868 (86.8)	-
	<i>m</i> -キシレン	2	1.00	0.959 (95.9)	0.893 (89.3)	-
	<i>p</i> -キシレン	2	1.00	0.910 (91.0)	0.860 (86.0)	-
	エチルベンゼン	2	1.00	0.880 (88.0)	0.875 (87.5)	-
生物粗抽出液	<i>o</i> -キシレン	2	14.0	13.4 (95.7)	13.5 (96.4)	-
	<i>m</i> -キシレン	2	14.0	14.0 (100)	14.1 (101)	-
	<i>p</i> -キシレン	2	14.0	13.4 (95.7)	13.5 (96.4)	-
	エチルベンゼン	2	14.0	14.3 (102)	14.0 (100)	-
標準液	<i>o</i> -キシレン	2	10000	-	9960 (99.6)	9920 (99.2)
	<i>m</i> -キシレン	2	10000	-	10300 (103)	9960 (99.6)
	<i>p</i> -キシレン	2	10000	-	9930 (99.3)	10100 (101)
	エチルベンゼン	2	10000	-	9910 (99.1)	10300 (103)

\*: 残存率(%): 調製濃度に対する検出濃度の割合

### [キシレン各異性体及びエチルベンゼンのピーク分離]

GC/MS 測定に分離カラム VF-WAXms (Agilent 製 : 60 m × 0.25 mm, 0.50 μm) を使用することで、*o*-キシレン、*m*-キシレン、*p*-キシレン及びエチルベンゼンのピーク分離が可能であることを確認した。クロマトグラムを図 14 に示す。

なお、DB-624 系分離カラム (例 : Agilent 製 60 m × 0.25 mm, 0.50 μm) の場合、*m*-キシレンと *p*-キシレンのピーク分離は検討した範囲では分離出来なかった。

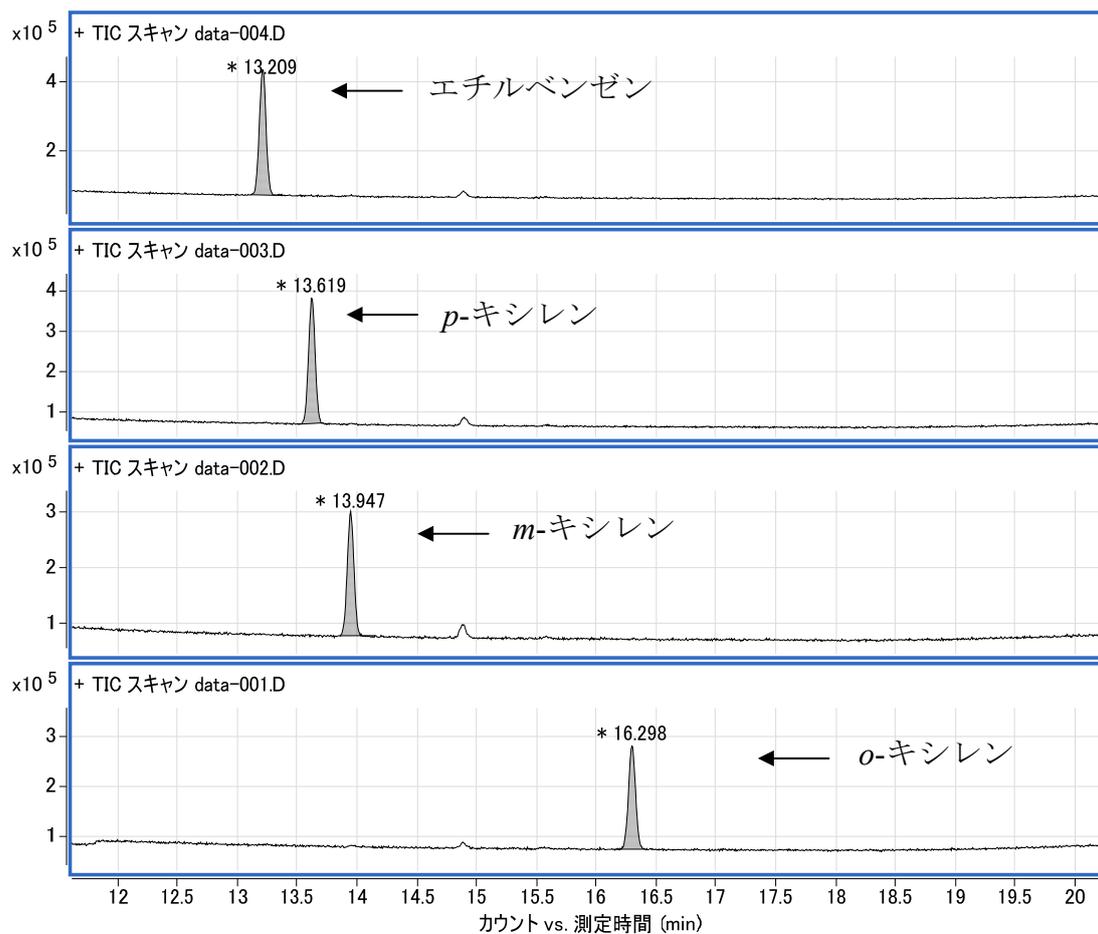


図 14 VF-WAXms カラムによるキシレン各異性体とエチルベンゼンのピーク分離状況

### 〔精製水の汚染状況〕

精製水を使用するにあたり、ミネラルウォーター（ボルヴィック）及び Milli-Q 水中にキシレン各異性体及びエチルベンゼンによる汚染状況を確認した。

クロマトグラムを図 15 に示す。この分析結果からミネラルウォーター（ボルヴィック）には、*o*-キシレン、*m*-キシレン、*p*-キシレン及びエチルベンゼンによる汚染が認められた。一方、Milli-Q 水には、*o*-キシレン、*m*-キシレン、*p*-キシレン及びエチルベンゼンの汚染は確認できなかった。

これらの結果から、本分析の精製水には、Milli-Q 水を使用することにした。

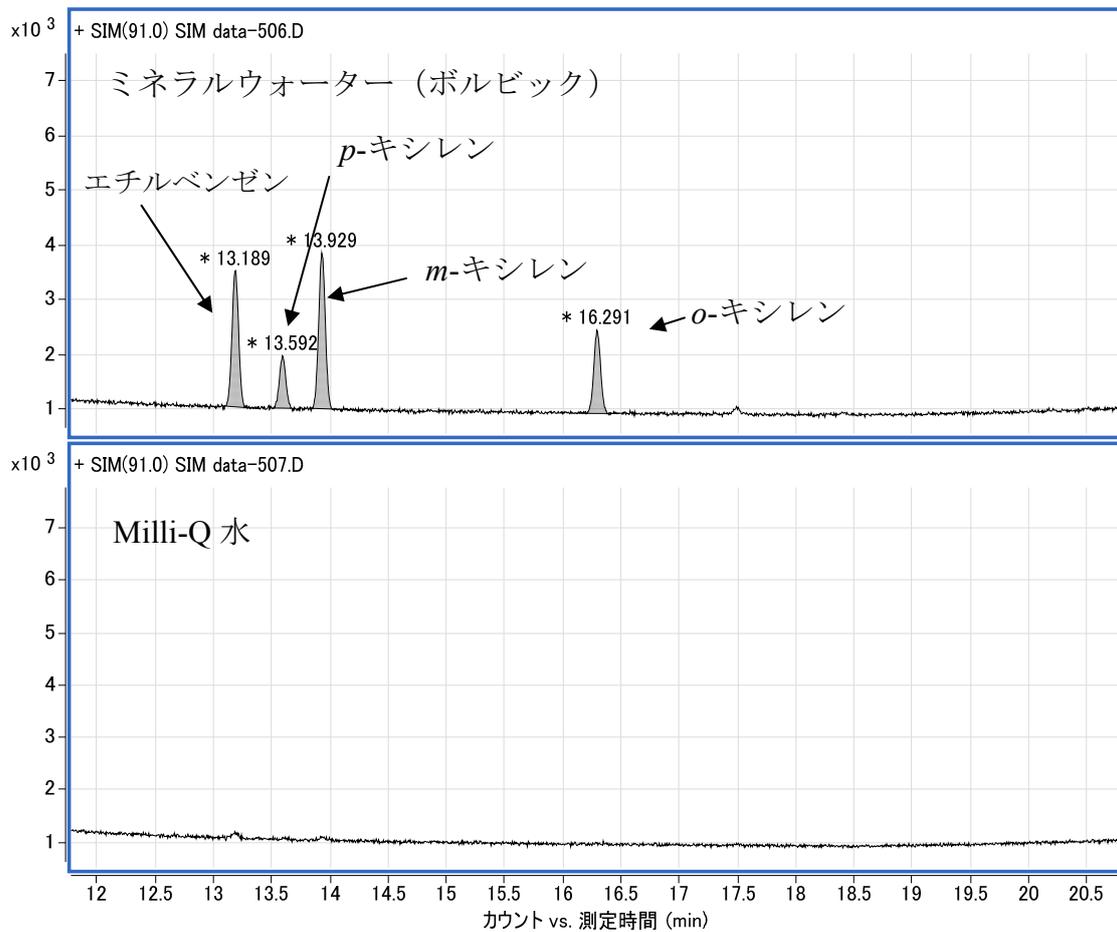


図 15 精製水の汚染状況の確認

### 〔塩化ナトリウムの汚染状況の確認〕

試料の塩析に使用する予定であった塩化ナトリウム（和光純薬工業：残留農薬分析用）の汚染状況を確認するために、精製水に塩化ナトリウムを添加し、ヘッドスペース-GC/MSにより測定した。結果を図 16 に示す。*o*-キシレン、*m*-キシレン、*p*-キシレン及びエチルベンゼンの汚染が確認された。このため、汚染物質の除去を目的に、塩化ナトリウムを 250℃ で 2 時間加熱を行ったが、*o*-キシレン、*m*-キシレン、*p*-キシレン及びエチルベンゼンの完全除去は不可能であった。また、加熱処理した塩化ナトリウムを用いて塩析し、測定して得られた *m*-キシレンの検量線を図 17-1 に示す。この図から、*m*-キシレンの濃度が 1 ng/mL 以下の範囲では、ブランクの影響による測定値のバラツキが大きく検量線の直線性が失われていた。一方、塩析無しで測定して得られた *m*-キシレンの検量線の場合、図 17-2 に示すように、*m*-キシレンの濃度が 1 ng/mL 以下の範囲でも検量線の直線性は保たれていた。

これらの結果から、本分析においては、塩化ナトリウムによる塩析は実施しないこととした。

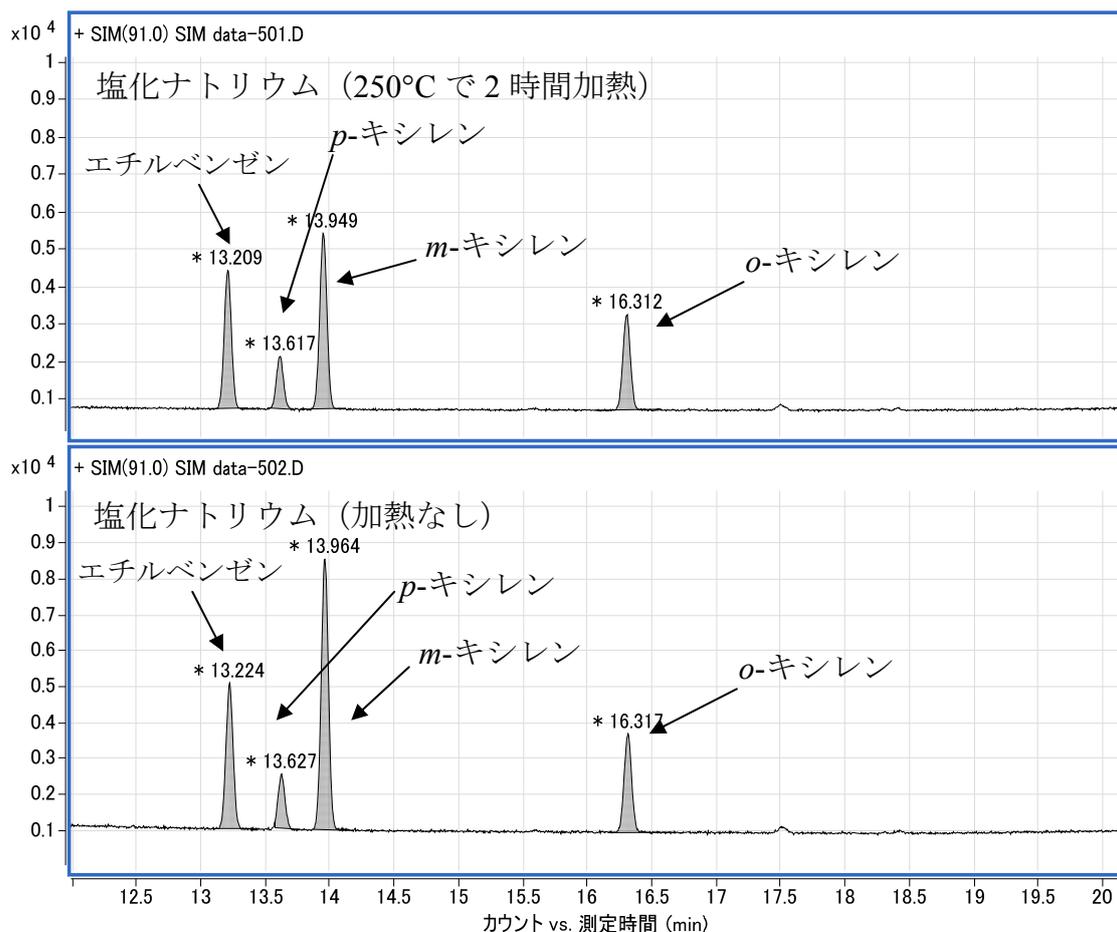


図 16 塩化ナトリウムの汚染状況の確認

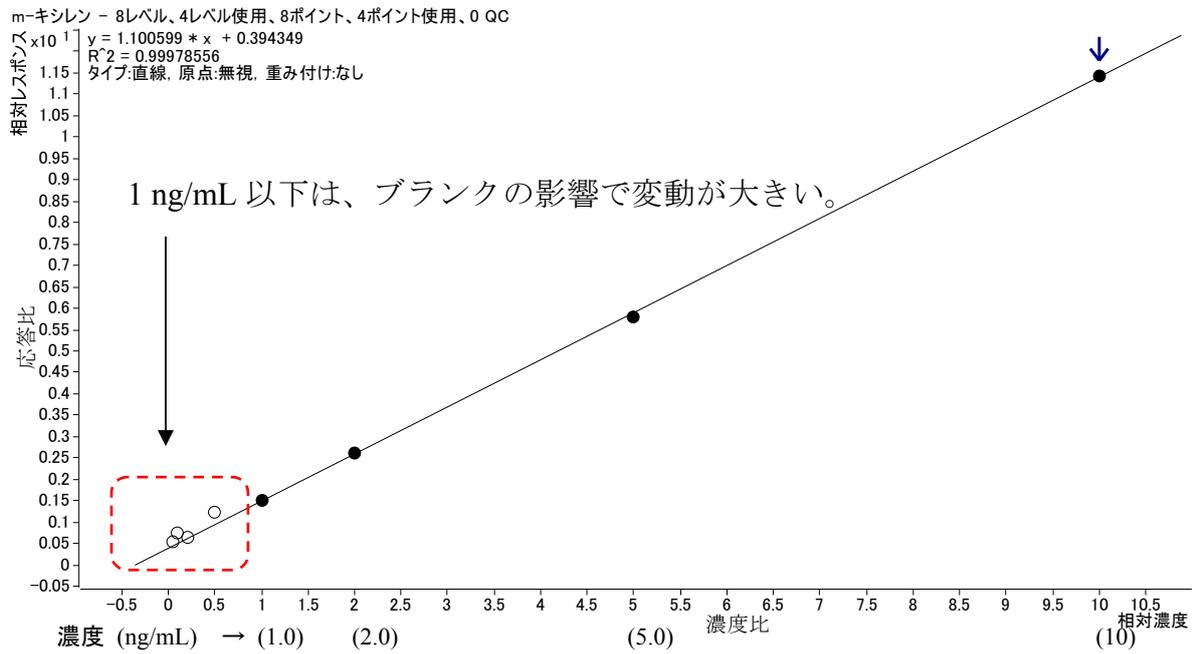


図 17-1 m-キシレンの検量線 (塩析あり)  
 (水質試料: 濃度領域 0.0500 ~ 10.0 ng/mL)

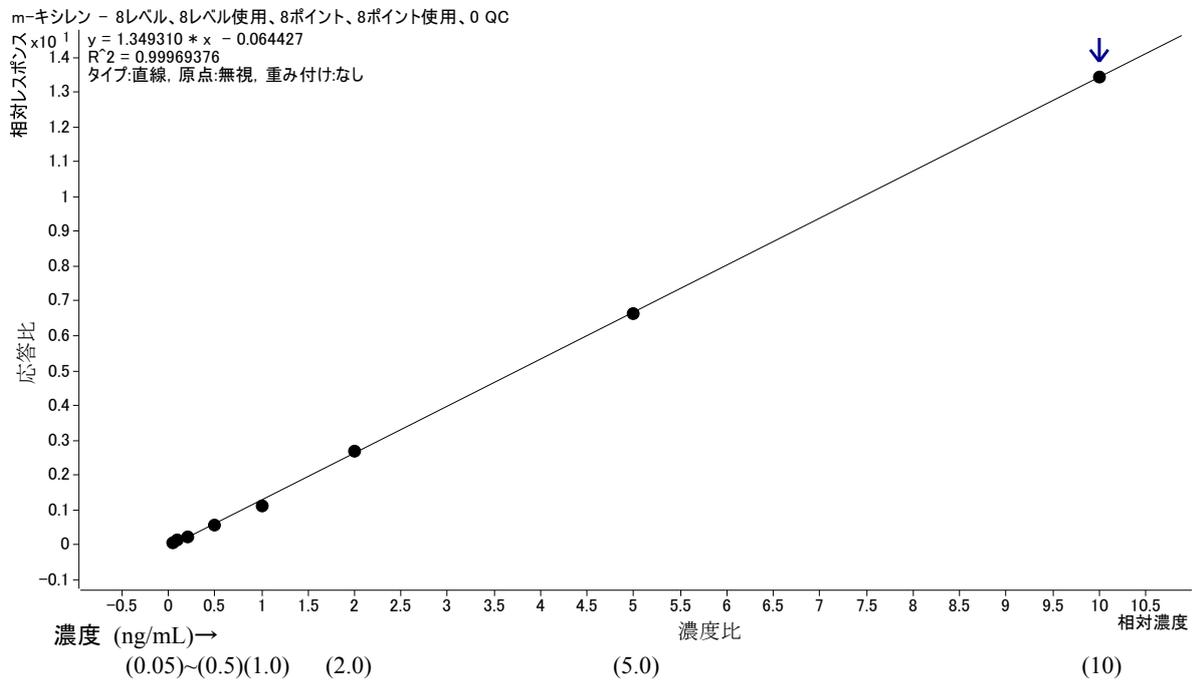


図 17-2 m-キシレンの検量線 (塩析なし)  
 (水質試料: 濃度領域 0.0500 ~ 10.0 ng/mL)

### 〔メタノールの汚染状況の確認〕

メタノールから *o*-キシレン、*m*-キシレン、*p*-キシレン及びエチルベンゼンの汚染が確認された。特に、*m*-キシレンの汚染強度が高い傾向にあった。そこで、水質分析用（関東化学）と残留農薬・PCB 試験用（関東化学）のメタノールにおけるキシレン各異性体の汚染状況を比較した。

なお、汚染状況の比較方法は、試験液中のメタノールの比率が生物試料同様になるように以下の通りに調製して行った。

20 mL のヘッドスペース測定用バイアルに、精製水 9.5 mL に対して各グレードのメタノールを 0.5 mL の割合となるように静かに泡立てないように入れ、GC/MS 測定を行った。

検討の結果、図 18 に示すとおり、若干ではあるが水質分析用（関東化学）の方が検出強度は低かった。

ダイオキシン分析用、水質分析用、フタル酸エステル分析用、残留農薬分析用（全て関東化学製）のメタノールにおけるキシレン各異性体の汚染状況の比較検討を行った。その結果図 19 に示すとおり、フタル酸エステル分析用のメタノールについては、*o*-キシレンが高濃度で汚染されていることが確認された。一方、ダイオキシン分析用、水質分析用、残留農薬分析用のキシレンの検出強度に大きな差は見られなかった。

これらの結果から、本分析法の試薬には、水質分析用（関東化学）のメタノールを使用することにした。

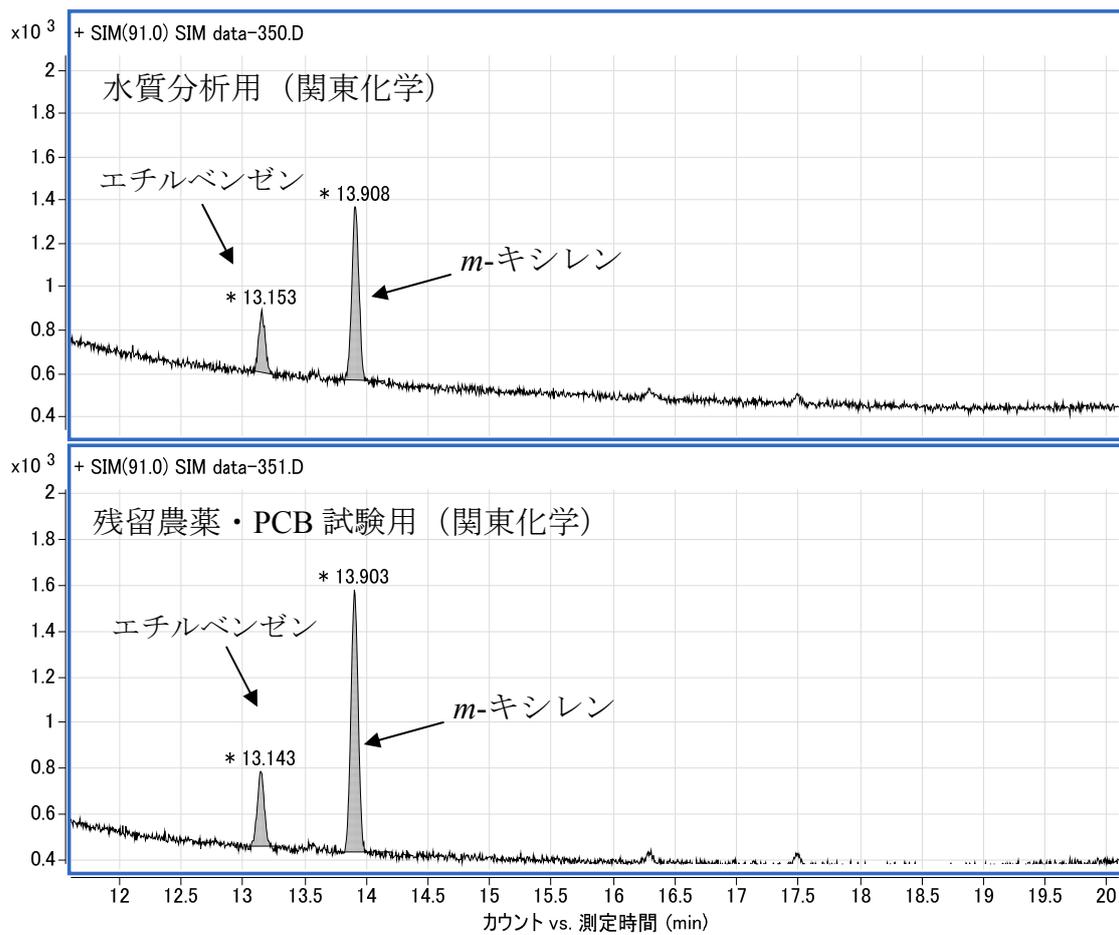


図 18 メタノールの汚染状況の確認 (1回目)

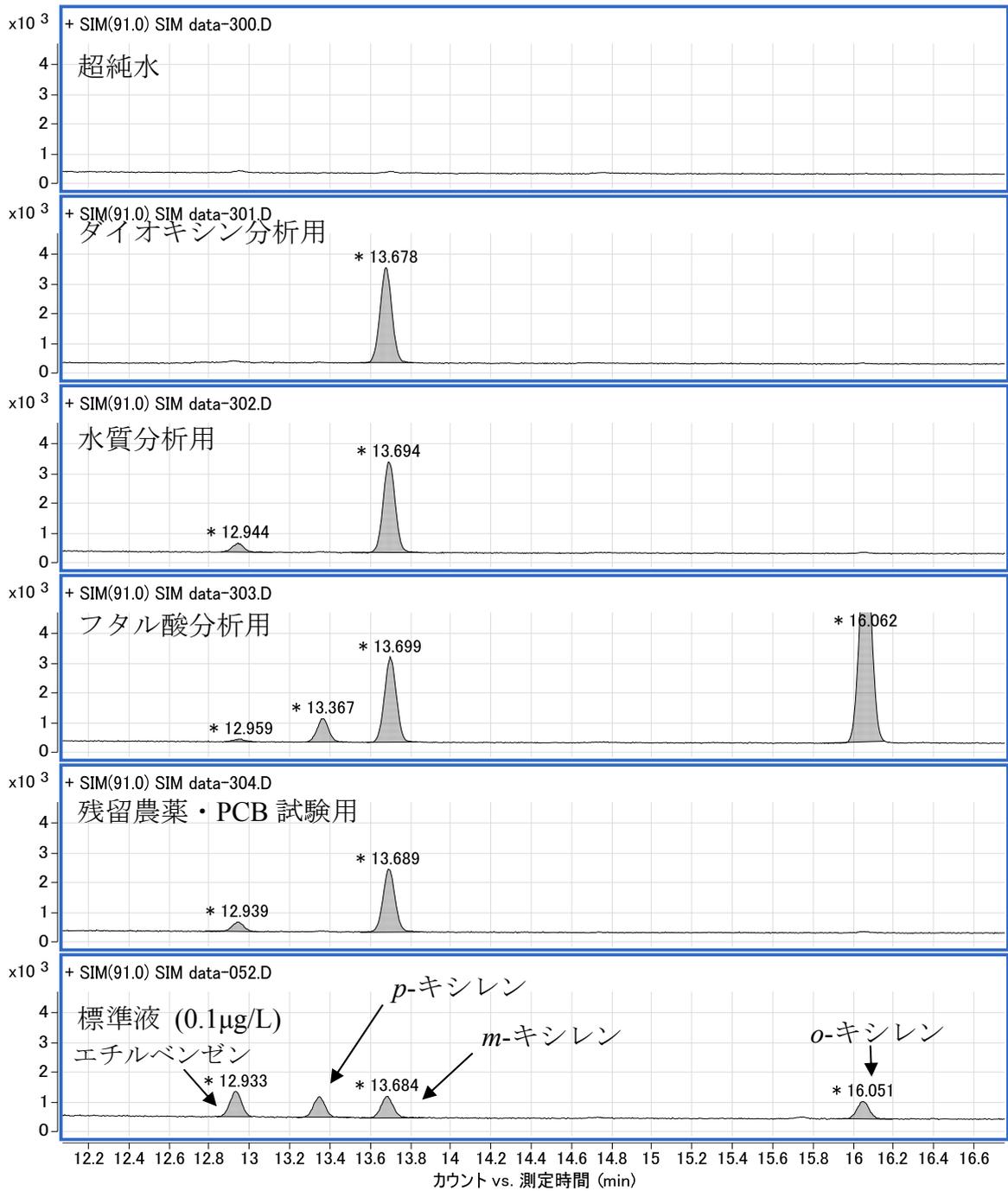


図 19 メタノールの汚染状況の確認 (2回目)

### 〔環境試料の分析〕

水質試料に関しては、河川水及び海水共に、*m*-キシレン以外は不検出であった。一方、*m*-キシレンは、河川水が 0.082 ng/mL、海水が 0.083 ng/mL 検出された。

生物試料に関しては、カツオ及びホウボウ共に、*o*-キシレン及び *p*-キシレンが不検出であった。一方、*m*-キシレンは、カツオが 198 g/g-wet、ホウボウが 63.0 ng/g-wet 検出された。エチルベンゼンは、カツオが 8.85 g/g-wet、ホウボウが 7.85 ng/g-wet 検出された。

なお、クロマトグラムは〔添加回収試験〕を参照にすること。

### 【評価】

本分析法における対象物質の水質試料の IDL は 0.0023 ~ 0.017 µg/L、MDL は 0.0028 ~ 0.18 µg/L、MQL は 0.0071 ~ 0.47 µg/L であった。また、水質試料の添加回収試験の回収率は、河川水において 91 ~ 108 % (変動係数 : 0.6 ~ 8.2 %)、海水において 101 ~ 108 % (変動係数 : 1.0 ~ 7.5%) であった。生物試料における対象物質の MDL は 2.5 ~ 250 ng/g-wet、MQL は 6.5 ~ 630 ng/g-wet であった。

また、生物試料の添加回収試験の回収率は、カツオにおいて 89 ~ 113% (変動係数 : 2.6 ~ 6.4%)、ホウボウにおいて 89 ~ 113% (変動係数 : 2.1 ~ 4.4%) であった。

なお、GC/MS 測定に分離カラム VF-WAXms (Agilent 製 : 60 m × 0.25 mm , 0.50 µm) を使用することで、*o*-キシレン、*m*-キシレン、*p*-キシレン及びエチルベンゼンのピーク分離が可能であることを確認できた。

### 【担当者連絡先】

所属先名称 : 一般財団法人 三重県環境保全事業団  
所属先住所 : 〒510-0304 三重県津市河芸町上野 3258 番地  
TEL : 059-245-7508 FAX : 059-245-7516  
担当者名 : 古川 浩司、橋本 真、羽田 珠世  
E-mail : furukawa1@mec.or.jp, hashimoto1@mec.or.jp  
hada1@mec.or.jp

## Xylene and Ethylbenzene

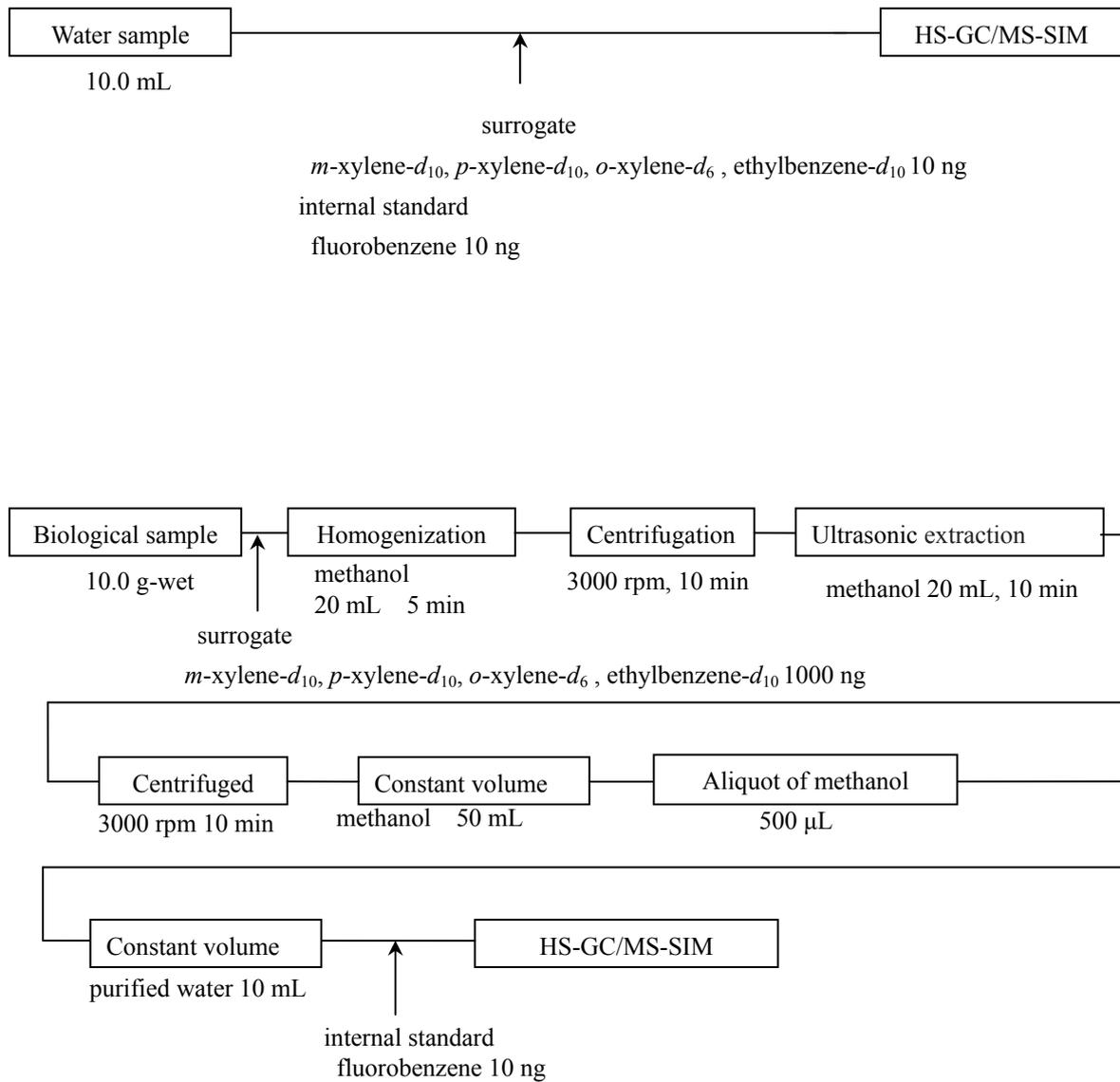
This method provides procedures for the determination of xylene and ethylbenzene in water samples and biological samples by headspace coupled to gas chromatography/mass spectrometry with selected ion monitoring (HS-GC/MS-SIM).

In the case of water samples, 10.0 mL of a water sample is pipetted into a headspace vial (20 mL) and then 10 ng each of surrogates (*m*-xylene-*d*<sub>10</sub>, *p*-xylene-*d*<sub>10</sub>, *o*-xylene-*d*<sub>6</sub> and ethylbenzene-*d*<sub>10</sub>) and fluorobenzene (internal standard) are added to the sample. Immediately, the headspace vial is hermetically sealed and the sample is shaken well manually. The vial is heated at 80°C in a headspace autosampler oven. After 30 min churning and 2 min stabilization, an aliquot of the gaseous phase is transferred to the head of a capillary column via a heated transfer line. Instrumental analysis is performed by GC/MS-SIM.

The instrument detection limits (IDL) of *o*-xylene, *m*-xylene, *p*-xylene and ethylbenzene are 0.0044, 0.017, 0.0023 and 0.0095 ng/mL, respectively. The method detection limits (MDL) of *o*-xylene, *m*-xylene, *p*-xylene and ethylbenzene in water samples are 0.0029, 0.18, 0.0028 and 0.0029 µg/L, respectively. The method quantification limits (MQL) of *o*-xylene, *m*-xylene, *p*-xylene and ethylbenzene are 0.0076, 0.47, 0.0071 and 0.0076 µg/L, respectively. The averages of recoveries (n = 5) of xylene and ethylbenzene (10 ng each) added to environmental waters (river water and seawater) were 91 % - 108 %, and the relative standard deviations were 0.6 % - 8.2 %.

In the case of biological samples, a sample (10.0 g) is put in a centrifuge tube (50 mL) and then surrogates (1000 ng each of *m*-xylene-*d*<sub>10</sub>, *p*-xylene-*d*<sub>10</sub>, *o*-xylene-*d*<sub>6</sub> and ethylbenzene-*d*<sub>10</sub>) are spiked. The sample is extracted by homogenizing for 5 min and by sonication for 10 min with 20 mL of methanol, and is centrifuged at 3000 rpm for 10 min after each extraction. Then, two extracts are combined. The volume of the extract is fixed to 50 mL with methanol. An aliquot (500 µL) of the extract is added to a vial that contains 10 mL of purified water. Finally, 10 ng of fluorobenzene as an internal standard is added to the sample. The vial is heated at 80°C in a headspace autosampler oven. After 30 min churning and 2 min stabilization, an aliquot of the gaseous phase is transferred to the head of a capillary column via a heated transfer line. Instrumental analysis is performed by GC/MS-SIM. MDL of *o*-xylene, *m*-xylene, *p*-xylene and ethylbenzene are 2.5, 250, 5.6 and 6.3 ng/g-wet, respectively. MQL of *o*-xylene, *m*-xylene, *p*-xylene and ethylbenzene are 6.5, 630, 14 and 16 ng/g-wet, respectively. The averages of recoveries (n = 7) of *p*-xylene, *o*-xylene and ethylbenzene (200 ng each) added to two fish samples were 89 %-113 %, and the relative standard deviation were 2.1 % - 6.4 %. The averages of recoveries (n = 7) of *m*-xylene (1000 ng) added to

two fish samples were 89 %-104 %, and the relative standard deviations were 4.4 % - 5.0 %.



物質名	分析法フローシート	備考
<p>[1] <i>o</i>-キシレン 別名： 1,2-ジメチルベンゼン</p> <p>[2] <i>m</i>-キシレン 別名： 1,3-ジメチルベンゼン</p> <p>[3] <i>p</i>-キシレン 別名： 1,4-ジメチルベンゼン</p> <p>[4] エチルベンゼン 別名： エチルベンゼン</p>	<p><b>【水質試料】</b></p> <p>水質試料 10.0 mL → HS-GC/MS-SIM</p> <p>サロゲート (<i>o</i>-キシレン-<i>d</i><sub>6</sub>、<i>m</i>-キシレン-<i>d</i><sub>10</sub>、<i>p</i>-キシレン <i>d</i><sub>10</sub>、エチルベンゼン-<i>d</i><sub>10</sub> 10.0 ng)</p> <p>シリンジスパイク (フルオロベンゼン 10.0 ng)</p> <p><b>【生物】</b></p> <p>生物試料 10.0 g-wet → ホモジナイズ抽出 (メタノール 20 mL 5分)</p> <p>サロゲート (<i>o</i>-キシレン-<i>d</i><sub>6</sub>、<i>m</i>-キシレン-<i>d</i><sub>10</sub>、<i>p</i>-キシレン <i>d</i><sub>10</sub>、エチルベンゼン-<i>d</i><sub>10</sub> 1000 ng)</p> <p>遠心分離 (3000 rpm 10分) → 超音波抽出 (メタノール 20 mL 抽出時間 10分)</p> <p>遠心分離 (3000 rpm 10分) → 定容 (メタノール 50 mL)</p> <p>分取 (500 µL) → 定容 (精製水 10 mL)</p> <p>HS-GC/MS-SIM</p> <p>シリンジスパイク (フルオロベンゼン 10.0 ng)</p>	<p>分析原理： ヘッドスペース GC/MS-SIM</p> <p>検出下限値： <b>【水質試料】</b> (µg/L)</p> <p>[1] 0.0029 [2] 0.18 [3] 0.0028 [4] 0.0029</p> <p><b>【生物】</b> (ng/g-wet)</p> <p>[1] 2.5 [2] 250 [3] 5.6 [4] 6.3</p> <p>分析条件： 機器 GC/MS： 5977GC/MS (Agilent) ヘッドスペース： G1888 (Agilent) カラム： VF-WAXms (60 m × 0.25 mm, 0.50 µm) (Agilent)</p>